

① RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

⑪ N° de publication :

2 766 107

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

⑫ N° d'enregistrement national :

97 09388

⑬ Int Cl⁶ : B 01 F 17/52, D 21 H 19/60, B 01 F 3/12

⑭

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑮ Date de dépôt : 18.07.97.

⑯ Priorité :

⑰ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 22.01.99 Bulletin 99/03.

⑱ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑲ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑴ Demandeur(s) : PLUESS-STAUFER AG AKTIENGE-
SELLSCHAFT — CH.

⑵ Inventeur(s) : BLUM RENE.

⑶ Titulaire(s) :

⑷ Mandataire(s) : COATEX SA.

⑸ SUSPENSIONS AQUEUSES DE MATIERES MINERALES ET LEURS UTILISATIONS.

⑹ Suspensions aqueuses de matières minérales desti-
nées à l'industrie papetière contenant comme agent disper-
sant et/ ou d'aide au broyage un copolymère constitué :

a) d'au moins un monomère à insaturation éthylénique
et à fonction carboxylique,

b) éventuellement d'au moins un monomère à insatura-
tion éthylénique et à fonction sulfonique ou phosphorique ou
leur mélange,

c) éventuellement d'au moins un monomère à insatura-
tion éthylénique et sans fonction carboxylique,

d) d'au moins un monomère tensioactif oxyalkylé à insa-
turation éthylénique et terminé par une chaîne hydrophobe.

Leurs utilisations dans la fabrication du papier ainsi que
dans la fabrication de sauce de couchage du papier.

FR 2 766 107 - A1



BEST AVAILABLE COPY

SUSPENSIONS AQUEUSES DE MATIÈRES MINÉRALES ET LEURS UTILISATIONS

5 La présente invention concerne de nouvelles suspensions aqueuses de charges minérales destinées à l'industrie papetière et leurs utilisations dans la fabrication du papier ainsi que dans la fabrication de sauce de couchage du papier.

10 En effet ces suspensions aqueuses de charges minérales, de rhéologie permettant une facilité d'emploi, sont mises en oeuvre pendant la fabrication de la feuille de papier ou de carton en les mélangeant aux suspensions aqueuses de fibres cellulosiques afin d'améliorer l'opacité, la blancheur ou l'imprimabilité du papier obtenu.

15 Elles sont également mises en oeuvre, dans toutes les applications où le papier est couché, sous forme de compositions aqueuses appelées sauces de couchage, constituées essentiellement d'eau, de liants et de pigments ou charges minérales.

20 Ces pigments ou matières minérales, qui peuvent être de diverses origines, ont une affinité différente vis-à-vis de l'eau en fonction de leur nature.

25 Ainsi une première catégorie est constituée des substances minérales à surface hydrophile chargée telles que par exemple les carbonates de calcium naturels ou synthétiques, notamment les craies, les calcites ou les marbres, les dolomies ou bien encore les kaolins ainsi que le sulfate de calcium ou les oxydes de titane, le blanc satin, les hydroxydes d'aluminium ou autres.

Une deuxième comprend des charges minérales à surface hydrophobe telles que par exemple le talc, le mica ou autres.

30 Or ces deux types de substances minérales, qui n'ont pas le même comportement rhéologique lorsqu'elles sont mises en suspension dans l'eau notamment à forte concentration, doivent cependant disposer des mêmes critères de qualité pour l'utilisateur. Les suspensions aqueuses de substances minérales doivent ainsi
35 présenter une limite d'écoulement suffisamment élevée pour éviter tout risque de sédimentation ainsi qu'une viscosité Brookfield suffisamment élevée mais pas trop pour permettre d'éviter toute prise en masse des particules de matières minérales rendant ainsi possible une manipulation aisée par l'utilisateur malgré un stockage pendant plusieurs jours dans des cuves sans agitation. De plus, ces suspensions

doivent avoir une teneur en matière minérale la plus élevée possible afin de diminuer tous les coûts de transport inhérents à la quantité d'eau présente.

5 Jusqu'à aujourd'hui, les suspensions de matières minérales à surface chargée hydrophile contenaient classiquement des agents dispersants ou d'aide au broyage qui étaient des polyacrylates de bas poids moléculaire (EP 100 947, EP 542 643, EP 542 644).

10 Mais, ces agents ont le désavantage de ne pas être efficaces pour la mise en suspension et/ou le broyage des substances minérales à surface hydrophobe telles que le talc ou le mica qui sont couramment utilisées seules ou en mélange.

15 Ainsi l'homme du métier dispose jusqu'à aujourd'hui de suspensions de charges minérales à surface hydrophobe contenant d'autres agents dispersants et/ou d'aide au broyage qui sont des copolymères dont l'un des monomères a une structure tensioactive (EP 3235, EP 215 565). Mais ces copolymères ont alors l'inconvénient de ne pas être efficaces pour la mise en suspension et/ou le broyage de matières minérales à surface hydrophile telles que les carbonates de calcium ou les kaolins, le sulfate de calcium, les oxydes de titane, le blanc satin, les hydroxydes d'aluminium ou autres.

20 Confrontée à ce problème d'utilisation d'agents dispersants et/ou d'aide au broyage propres à un type de matière minérale, la Demanderesse a mis au point, après de nombreuses recherches, de nouvelles suspensions de charges pigmentaires minérales qui, quelle que soit la nature de la substance minérale ont les mêmes propriétés rhéologiques et contiennent le même agent dispersant et/ou d'aide au broyage.

25 Ainsi, un des buts de l'invention est d'obtenir des suspensions aqueuses de matières minérales manipulables aisément par l'utilisateur et utilisables dans le domaine papetier, que ces matières minérales aient des surfaces chargées hydrophiles ou des surfaces hydrophobes.

30 Ce but est atteint grâce à l'utilisation comme agent dispersant et/ou d'aide au broyage d'un copolymère constitué :

35

- a) d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction carboxylique,
- b) éventuellement d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction sulfonique ou phosphorique ou leur mélange,

c) éventuellement d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et sans fonction carboxylique,

5 d) d'au moins un monomère tensioactif oxyalkylé à insaturation éthylénique et terminé par une chaîne hydrophobe dont le radical est sélectionné en vue d'une mise en oeuvre du copolymère comme agent dispersant et/ou d'aide au broyage quel que soit le type de substances minérales à disperser et/ou broyer.

10 Un autre but de l'invention est l'utilisation de ces suspensions aqueuses de charges minérales selon l'invention dans la fabrication du papier, et des sauces de couchage du papier.

15 Les suspensions aqueuses de matières minérales, selon l'invention, et répondant aux critères de qualité précitée, se caractérisent en ce que le copolymère, agent dispersant ou d'aide au broyage est constitué :

20 a) d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction carboxylique choisi parmi les monoacides, tels que l'acide acrylique, méthacrylique, crotonique, isocrotonique, cinnamique, les diacides, tels que l'acide itaconique, fumarique, maléique, citraconique, les anhydrides d'acides carboxyliques, tels que l'anhydride maléique et les hémiesters de diacides, tels que les monoesters en C₁ à C₄, des acides maléique ou itaconique, ou leurs mélanges,

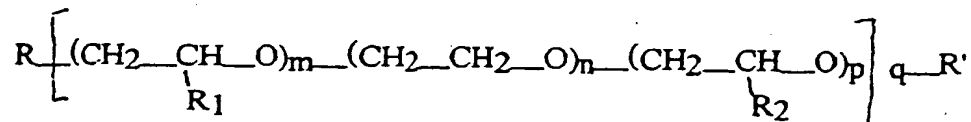
25 b) éventuellement d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction sulfonique choisi parmi l'acide acrylamido-méthyl propane sulfonique, le méthallylsulfonate de sodium, les acides vinyl sulphonique et les acides styrène sulfonique ou à fonction phosphorique choisi parmi le phosphate de méthacrylate d'éthylène glycol, le phosphate de méthacrylate de propylène glycol, le phosphate d'acrylate d'éthylène glycol, le phosphate d'acrylate de propylène glycol et leurs éthoxylats ou leurs mélanges,

30

35 c) éventuellement d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et sans fonction carboxylique, choisi dans le groupe constitué par les esters des acides acrylique ou méthacrylique, tels que les acrylates ou méthacrylates de méthyle, éthyle, butyle, 2-éthyl-hexyle, ou par l'acrylonitrile, le méthacrylonitrile, l'acétate de vinyle, le styrène, le méthylstyrène, le diisobutylène, la vinylpyrrolidone, la vinylcaprolactame ou encore les amides insaturés tels que l'acrylamide, le méthacrylamide ou leurs dérivés substitués comme par exemple le diméthylaminopropyle acrylamide ou méthacrylamide, les esters acryliques ou

méthacryliques de glycol, le méthacrylamido-propyl -triméthyl ammonium chlorure ou sulfate, le méthacrylate de triméthyl ammonium éthyl chlorure ou sulfate, ainsi que leurs homologues en acrylate et en acrylamide quaternisés et/ou le diméthyldiallylammonium chlorure,

d) d'au moins un monomère oxyalkylé à insaturation éthylénique et terminé par une chaîne hydrophobe, de formule générale (I) :



dans laquelle :

- m et p représentent un nombre de motifs d'oxyde d'alkylène inférieur ou égal à 100,
- n représente un nombre de motifs d'oxyde d'éthylène inférieur ou égal à 100,
- q un nombre au moins égal à 1 et tels que :

$$0 \leq q(n+m+p) \leq 100,$$

R₁ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

R₂ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

R représente le radical insaturé polymérisable, appartenant au groupe des esters acrylique, méthacrylique, maléique, itaconique, crotonique, vinylphtalique ainsi que les insaturés uréthannes tels que par exemple les acryluréthane, méthacryluréthane, α - α' diméthyl-m-isopropenyl-benzyluréthane, allyluréthane,

R' représente le radical hydrophobe tel que les groupes linéaires ou ramifiés alkyle, alkylaryle, arylalkyle, aryle ayant au moins 22 atomes de carbone ou bien des dialkyles amines ayant au moins 22 atomes de carbone.

Plus particulièrement cette suspension aqueuse de matières minérales selon l'invention contenant un copolymère comme agent dispersant ou d'aide au broyage se caractérise en ce que ledit copolymère est constitué :

a) de 99 % à 10 % en poids et encore plus particulièrement de 97 % à 50 % en poids d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction carboxylique choisi parmi les monoacides, tels que l'acide acrylique, méthacrylique, crotonique,

isocrotonique, cinnamique, les diacides, tels que l'acide itaconique, fumarique, maléique, citraconique, les anhydrides d'acides carboxyliques, tels que l'anhydride maléique et les hémiesters de diacides, tels que les monoesters en C₁ à C₄, des acides maléique ou itaconique, ou leurs mélanges,

5

b) de 0 % à 50 % en poids d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction sulfonique choisi parmi l'acide acrylamido-méthyl propane sulfonique, le méthallylsulfonate de sodium, les acides vinyl sulphonique et les acides styrène sulfonique ou à fonction phosphorique choisi parmi le phosphate de méthacrylate d'éthylène glycol, le phosphate de méthacrylate de propylène glycol, le phosphate d'acrylate d'éthylène glycol, le phosphate d'acrylate de propylène glycol et leurs éthoxylats ou leurs mélanges,

10

c) de 0 % à 50 % en poids d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et sans fonction carboxylique, choisi dans le groupe constitué par les esters des acides acrylique ou méthacrylique, tels que les acrylates ou méthacrylates de méthyle, éthyle, butyle, 2-éthyl-hexyle, ou par l'acrylonitrile, le méthacrylonitrile, l'acétate de vinyle, le styrène, le méthylstyrène, le diisobutylène, la vinylpyrrolidone, la vinylcaprolactame ou encore les amides insaturés tels que l'acrylamide, le méthacrylamide, ou leurs dérivés substitués comme par exemple le diméthylaminopropyle acrylamide ou méthacrylamide, les esters acryliques ou méthacryliques de glycol, le méthacrylamido-propyl -triméthyl ammonium chlorure ou sulfate, le méthacrylate de triméthyl ammonium éthyl chlorure ou sulfate, ainsi que leurs homologues en acrylate et en acrylamide quaternisés et/ou le diméthyldiallylammonium chlorure,

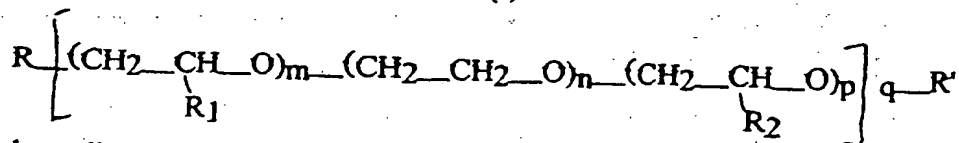
15

20

25

d) de 1 % à 90 % en poids et encore plus particulièrement de 3 % à 50 % en poids d'au moins un monomère oxyalkylé à insaturation éthylénique et terminé par une chaîne hydrophobe, de formule générale (I) :

30



dans laquelle :

35

- m et p représentent un nombre de motifs d'oxyde d'alkylène inférieur ou égal à 100,
- n représente un nombre de motifs d'oxyde d'éthylène inférieur ou égal à 100,
- q un nombre au moins égal à 1 et tels que :

$$0 \leq q(n+m+p) \leq 100,$$

R₁ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

R₂ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

5 R représente le radical insaturé polymérisable, appartenant au groupe des esters acrylique, méthacrylique, maléique, itaconique, crotonique, vinylphthalique ainsi que les insaturés uréthannes tels que par exemple les acryluréthane, méthacryluréthane, α - α' diméthyl-m-isopropenyl- benzyluréthane, allyluréthane,

10 R' représente le radical hydrophobe tels que les groupes linéaires ou ramifiés alkyle, alkylaryle, arylalkyle, aryle ayant au moins 22 atomes de carbone ou des dialkylamines ayant au moins 22 atomes de carbone,

15 le total des constituants (a), (b), (c) et (d) étant égal à 100

et en ce que le copolymère a une viscosité spécifique au plus égale à 25.

20 Ce copolymère est obtenu par des procédés connus de copolymérisation radicalaire en solution, en émulsion directe ou inverse, en suspension ou précipitation dans des solvants appropriés, en présence de systèmes catalytiques et d'agents de transfert connus.

25 Ce polymère obtenu sous forme acide et éventuellement distillé, peut être également partiellement ou totalement neutralisé par un ou plusieurs agents de neutralisation disposant d'une fonction monovalente ou d'une fonction polyvalente tels que par exemple ceux choisis dans le groupe constitué par les cations alcalins, en particulier le sodium, le potassium ou l'ammonium ou encore les amines primaires, secondaires ou tertiaires aliphatiques et/ou cycliques telles que par exemple la stéarylamine, les
30 éthanolamines (mono-, di-, triéthanolamine), la mono et diéthylamine, la cyclohexylamine, la méthylcyclohexylamine ou bien encore ceux choisis dans le groupe constitué par les cations divalents alcalino-terreux, en particulier le magnésium et le calcium, ou encore le zinc, de même que par les cations trivalents, dont en particulier l'aluminium, ou encore, par certains cations de valence plus
35 élevée.

Chaque agent de neutralisation intervient alors selon des taux de neutralisation propres à chaque fonction de valence.

Ce copolymère obtenu peut être utilisé sous la forme totalement acide, ou partiellement neutralisée ou totalement neutralisée.

5 Selon une autre variante, le copolymère issu de la réaction de copolymérisation peut, éventuellement avant ou après la réaction de neutralisation totale ou partielle, être traité et séparé en plusieurs phases, selon des procédés statiques ou dynamiques connus de l'homme de l'art, par un ou plusieurs solvants polaires appartenant notamment au groupe constitué par l'eau, les alcools tels que par exemple le méthanol, l'éthanol, le propanol, l'isopropanol, les butanols, les cétones telles que
10 notamment l'acétone, la méthyl-éthyl-cétone, la cyclohexanone ou bien encore, le tétrahydrofurane, le diméthylsulfoxyde ou leurs mélanges.

L'une des phases correspond alors au copolymère contenu dans la suspension aqueuse, de matières minérales, selon l'invention.
15

La viscosité spécifique du copolymère est symbolisée par la lettre η et est déterminée de la manière suivante.

20 On prend une solution de polymérisat de façon à obtenir une solution correspondant à 2,5 g de polymère sec neutralisé à la soude et à 50 ml d'une solution d'eau bipermutée. Puis, on mesure avec un viscosimètre capillaire de constante de Baume égale à 0,000105 placé dans un bain thermostaté à 25°C le temps d'écoulement d'un volume donné de la solution précitée contenant le copolymère, ainsi que le temps d'écoulement du même volume de la solution d'eau bipermutée dépourvue dudit
25 copolymère. Il est alors possible de définir la viscosité spécifique η grâce à la relation suivante :

$$\eta = \frac{\begin{array}{c} \text{(temps d'écoulement de} \\ \text{la solution de polymère)} \end{array} - \begin{array}{c} \text{(temps d'écoulement de} \\ \text{la solution d'eau permutée)} \end{array}}{\begin{array}{c} \text{temps d'écoulement de la solution d'eau permutée}} \quad \text{---}$$

30

35 Le tube capillaire est généralement choisi de telle manière que le temps d'écoulement de la solution d'eau permutée dépourvue de copolymère, soit d'environ 90 à 100 secondes, donnant ainsi des mesures de viscosité spécifique d'une très bonne précision.

Les matières minérales mises en oeuvre dans l'invention sont d'origine très diverses et peuvent se classer en deux catégories.

La première catégorie est constituée des substances minérales à surface hydrophile chargée telles que par exemple les carbonates de calcium synthétiques ou naturels, notamment les craies, les calcites, les marbres, ou les dolomies ou bien encore les kaolins, le sulfate de calcium, les oxydes de titane ou le blanc satin ou les hydroxydes d'aluminium ou tout autre minéral à surface hydrophile.

La deuxième comprend des charges minérales à surface hydrophobe telles que par exemple le talc ou le mica ou tout autre minéral à surface hydrophobe.

Ainsi, outre le copolymère utilisé comme agent dispersant ou d'aide au broyage cette suspension aqueuse de matières minérales se caractérise en ce que la ou lesdites matières minérales sont choisies soit parmi les substances minérales à surface hydrophile chargée telles que les carbonates de calcium naturels ou synthétiques, notamment la craie, la calcite, le marbre, ou la dolomie ou les kaolins, le sulfate de calcium, les oxydes de titane, ou leurs mélanges, soit choisie parmi les substances minérales à surface hydrophobe telles que notamment le talc ou le mica ou leurs mélanges, ou bien encore sont un mélange de charges minérales à surface hydrophile et de charges minérales à surface hydrophobe.

En pratique, une manière d'effectuer le délitage de la ou des substances minérales à disperser consiste à préparer sous agitation une solution aqueuse de l'agent de dispersion, selon l'invention dans laquelle est introduite la ou les substances minérales à disperser.

Selon l'invention, l'agent de dispersion est introduit à raison de 0,05 % à 5 % en poids de la fraction séchée desdits polymères par rapport à la masse sèche de la ou des substances minérales à affiner.

De même en pratique, l'opération de broyage de la ou des substances minérales à affiner consiste à broyer la ou les substances minérales avec un corps broyant en particules très fines dans un milieu aqueux contenant l'agent d'aide au broyage. On forme alors une suspension aqueuse de la ou des substances minérales à broyer.

A la suspension de la ou des substances minérales à broyer, on ajoute le corps broyant de granulométrie avantageusement comprise entre 0,20 et 4 millimètres. Le corps broyant se présente en général sous la forme de particules de matériaux aussi divers que l'oxyde de silicium, l'oxyde d'aluminium, l'oxyde de zirconium ou de leurs mélanges, ainsi que les résines synthétiques de haute dureté, les aciers, ou autres. Un exemple de composition de tels corps broyants est donné par le brevet

FR 2 303 681 qui décrit des éléments broyants formés de 30 à 70 % en poids d'oxyde de zirconium, 0,1 à 5 % d'oxyde d'aluminium et de 5 à 20 % d'oxyde de silicium. Le corps broyant est de préférence ajouté à la suspension en une quantité telle que le rapport en poids entre ce matériau de broyage et la ou les substances minérales à broyer soit d'au moins 2/1, ce rapport étant de préférence compris entre les limites 3/1 et 5/1.

Le mélange de la suspension et du corps broyant est alors soumis à l'action mécanique de brassage, telle que celle qui se produit dans un broyeur classique à micro-éléments.

Selon l'invention, l'agent de dispersion et/ou d'aide au broyage est également introduit au sein du mélange formé par la suspension aqueuse de substances minérales et par le corps broyant à raison de 0,05 % à 5 % en poids de la fraction séchée desdits polymères par rapport à la masse sèche de la ou des substances minérales à affiner.

Le temps nécessaire pour aboutir à une excellente finesse de la ou des substances minérales après broyage varie selon la nature et la quantité des substances minérales à broyer, et selon le mode d'agitation utilisé et la température du milieu pendant l'opération de broyage.

Lorsque la ou les substances minérales sont une ou plusieurs matières minérales à surface hydrophile, la suspension aqueuse de matières minérales, selon l'invention, possède une limite d'écoulement élevée ainsi qu'une viscosité Brookfield faible à des teneurs en matière sèche élevées c'est-à-dire d'au moins 45 % et préférentiellement d'au moins 60 %.

Lorsque la ou les substances minérales sont une ou plusieurs matières minérales à surface hydrophobe, la suspension aqueuse de matières minérales, selon l'invention, possède également une limite d'écoulement élevée ainsi qu'une viscosité Brookfield faible à des teneurs en matière sèche élevées c'est-à-dire d'au moins 45 % et préférentiellement d'au moins 60 %.

De même, lorsque les substances minérales sont un mélange de matières minérales à surface hydrophile et de matières minérales à surface hydrophobe la suspension aqueuse de matières minérales, selon l'invention, possède une limite d'écoulement élevée ainsi qu'une viscosité Brookfield faible à des teneurs en matière sèche élevées c'est-à-dire d'au moins 45 % et préférentiellement 60 %.

Les propriétés rhéologiques précitées des suspensions aqueuses de matières minérales selon l'invention permettent leurs mises en oeuvre dans l'industrie papetière notamment comme de charge de masse du papier ou comme constituant essentiel de sauces de couchage.

5

10

Les sauces de couchage, selon l'invention sont préparées de manière connue par l'homme du métier par mélange dans l'eau, des suspensions de charges minérales selon l'invention et d'un ou plusieurs liants d'origine naturelle ou synthétique tels que par exemple l'amidon, la carboxyméthylcellulose, les alcools polyvinyliques ou encore des latex du type styrène-butadiène ou styrène-acrylate ou encore des latex acryliques ou vinyliques ou autres.

15

Les sauces de couchage peuvent également contenir de manière connue des additifs usuels tels que des modificateurs de rhéologie, des charges organiques, des agents anti-mousse, des azurants optiques, des agents biocides, des lubrifiants, des hydroxydes alcalins et autres.

20

La portée et l'intérêt de l'invention seront mieux perçus grâce aux exemples suivants, qui ne sauraient être limitatifs et notamment quant à l'ordre d'introduction des divers constituants des suspensions.

EXEMPLE 1 :

25

Cet exemple concerne la préparation de suspensions aqueuses de carbonate de calcium.

30

A cet effet pour chacun des essais suivants, effectués à partir d'un marbre provenant du gisement de Gummern (Autriche) de granulométrie dont 90 % des particules ont un diamètre inférieur à 2 micromètres, on introduit, en pluie et sous agitation dans un bécher de deux litres contenant de l'eau, une quantité dudit marbre nécessaire pour obtenir une suspension à 65 % de concentration en matière sèche. Ce bécher contient en outre une quantité de copolymère à tester correspondant à 0,5 % en poids de copolymère sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

35

Après 20 minutes d'agitation, on mesure, à température ambiante, les viscosités Brookfield à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type RVT à 10 tours par minute (t/min) et 100 t/min à l'aide du mobile adéquat.

Essai n° 1 :

Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre un polyacrylate de sodium de viscosité spécifique égale à 0,45.

5 Essai n° 2 :

Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre un mélange constitué de 25 parts en poids d'un polyacrylate de sodium de viscosité spécifique égale à 0,45 et de 75 parts en poids d'un polyoxyde d'alkylène commercialisé sous le nom de Pluronic PE 4300 par la société BASF.

10

Essai n° 3 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

15 90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 4 :

20 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,38 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

25 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 40 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 5 :

30 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,43 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 60 moles d'oxyde d'éthylène.

35

Essai n° 6 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 2,54 et composé, en pourcentage massique, de :

95 % d'acide acrylique

5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle linéaire à 22 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, $q = 1$, et $n = 25$.

5 Essai n° 7 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,52 et composé, en pourcentage massique, de:

95 % d'acide acrylique

10 5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe -N-(R''R''') avec R'' et R''' des chaînes alkyles linéaires à 12 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, $q = 1$, et $n = 50$.

Essai n° 8 :

15 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 2,47 et composé, en pourcentage massique, de :

95 % d'acide acrylique

20 5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 28 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, $q = 1$, et $n = 25$.

Essai n° 9 :

25 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,79 et composé, en pourcentage massique, de :

95 % d'acide acrylique

30 5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 30 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, $q = 1$, et $n = 25$.

Essai n° 10 :

35 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 2,59 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 32 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, $q = 1$, et $n = 25$.

Essai n° 11 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 5,49 et composé, en pourcentage massique, de :

5 80 % d'acide acrylique

2 % d'acrylate d'éthyle

8 % d'acide méthacrylique

10 10 % de méthacryluréthane, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un radical tristyrylphényl, m et p sont égaux à zéro, q = 1, et n = 25.

Essai n° 12 :

15 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 3,02 et composé, en pourcentage massique, de :

97 % d'acide acrylique

3 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

20 Essai n° 13 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 3,94 et composé, en pourcentage massique, de :

93 % d'acide acrylique

25 7 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 14 :

30 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 3,74 et composé, en pourcentage massique, de

85 % d'acide acrylique

15 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

35

Essai n° 15 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 7,53 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acide méthacrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

5

Essai n° 16 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 5,58 et composé, en pourcentage massique, de:

10

85 % d'acide acrylique

5 % d'acide itaconique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

15

Essai n° 17 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 7,16 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

20

5 % d'acide maléique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 18 :

25

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 6,68 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acide acrylamido-méthyl-propane-sulfonique

30

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 19 :

35

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,38 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acrylamide

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 20 :

5 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 5,71 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % de phosphate de méthacrylate d'éthylène glycol

10 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 21 :

15 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 5,49 et composé, en pourcentage massique, de :

80 % d'acide acrylique

2 % d'acrylate d'éthyle

8 % d'acide méthacrylique

20 10 % de méthacryluréthane, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un radical tristyrylphényl, m et p sont égaux à zéro, q = 1, et n = 25.

Essai n° 22 :

25 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 0,67 et composé, en pourcentage massique, de :

95 % d'acide acrylique

30 5 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 23 :

35 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,94 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 24 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 2,66 et composé, en pourcentage massique, de :

5

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 25 :

10

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 12,04 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

15

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 26 :

20

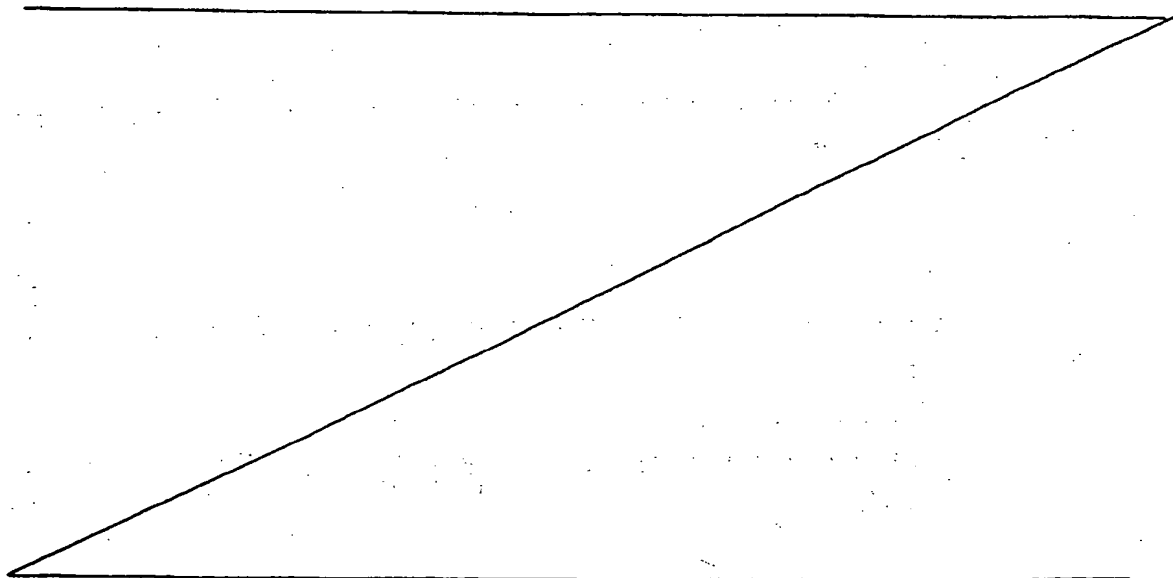
Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 70 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

25

Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau I suivant.



- TABLEAU I -

	Essai n°	Viscosité Brookfield de la suspension en mPa.s	
		10 v/min	100 v/min
Art antérieur	1	2000	350
Art antérieur	2	24000	6200
Invention	3	800	210
Invention	4	1000	225
Invention	5	1900	320
Invention	6	1280	270
Invention	7	1400	260
Invention	8	840	210
Invention	9	1040	230
Invention	10	1150	230
Invention	11	750	210
Invention	12	1250	270
Invention	13	1100	230
Invention	14	950	230
Invention	15	600	180
Invention	16	600	175
Invention	17	700	215
Invention	18	800	230
Invention	19	1100	290
Invention	20	600	185
Invention	21	750	210
Invention	22	1850	325
Invention	23	1000	215
Invention	24	1100	290
Invention	25	650	215
Invention	26	190	110

La lecture du tableau 1 permet de mettre en évidence l'obtention de suspensions aqueuses de carbonate de calcium selon l'invention ayant des viscosités Brookfield faibles.

- 5 Cette lecture permet en outre de constater que l'utilisation d'un polyacrylate en association avec un polyoxyde d'alkylène, formulation couramment utilisée pour la mise en suspension de substances minérales à surface hydrophobe ne permet pas d'obtenir des suspensions de carbonate de calcium à faible viscosité Brookfield.

10

EXEMPLE 2

Cet exemple illustre l'invention et concerne la préparation d'une suspension aqueuse de carbonate de calcium à teneur en matière sèche égale à 45 %.

15

A cet effet pour l'essai suivant n° 27, effectué à partir d'un marbre provenant du gisement de Gummern (Autriche) de granulométrie dont 90 % des particules ont un diamètre inférieur à 2 micromètres, on introduit, en pluie et sous agitation dans un bœcher de deux litres contenant de l'eau, une quantité dudit marbre nécessaire pour obtenir une suspension à 45 % de concentration en matière sèche. Ce bœcher
20 contient en outre une quantité de copolymère à tester correspondant à 0,23 % en poids de copolymère sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

25

Le copolymère mis en oeuvre est un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :
90 % d'acide acrylique
10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

30

Après 20 minutes d'agitation, on mesure, à température ambiante, les viscosités Brookfield à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type RVT à 10 tours par minute (t/min) et 100 t/min à l'aide du mobile adéquat.

35

Ces viscosités sont respectivement égales à 790 mPa.s et 110 mPa.s.

EXEMPLE 3 :

Cet exemple concerne également la préparation de suspensions aqueuses de carbonate de calcium mais de granulométrie plus grossière.

5 A cet effet pour chacun des essais suivants, effectués à partir d'un marbre provenant d'un gisement norvégien de granulométrie dont 60 % des particules ont un diamètre inférieur à 2 micromètres, on introduit, en pluie et sous agitation dans un béccher de deux litres contenant de l'eau, une quantité dudit marbre nécessaire pour obtenir une suspension à 75 % de concentration en matière sèche. Ce béccher contient en outre une quantité de copolymère à tester correspondant à 0,5 % en poids de copolymère sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

10 Après 20 minutes d'agitation, on mesure, à température ambiante, les viscosités Brookfield (TU) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat.

15 Ces viscosités Brookfield sont également déterminées après 24 heures, 2 jours, 3 jours et une semaine de stockage sans agitation.

La mesure de la viscosité Brookfield avant agitation (viscosité AVAG) après 7 jours de stockage ayant été effectuée, l'échantillon est agité afin de déterminer la viscosité Brookfield après agitation (viscosité APAG).

20 Par ailleurs ces échantillons sont dilués à 72 % et stockés pendant 7 jours sans agitation afin de regarder s'il y a sédimentation, par introduction d'une spatule jusqu'au fond du flacon.

Essai n° 28 :

25 Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre un polyacrylate de sodium de viscosité spécifique égale à 0,45.

Essai n° 29 :

30 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,94 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristeryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

35

Essai n° 30 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 3,02 et composé, en pourcentage massique, de :

97 % d'acide acrylique

3 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 31 :

5 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,38 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acrylamide

10 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 32 :

15 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 5,49 et composé, en pourcentage massique, de :

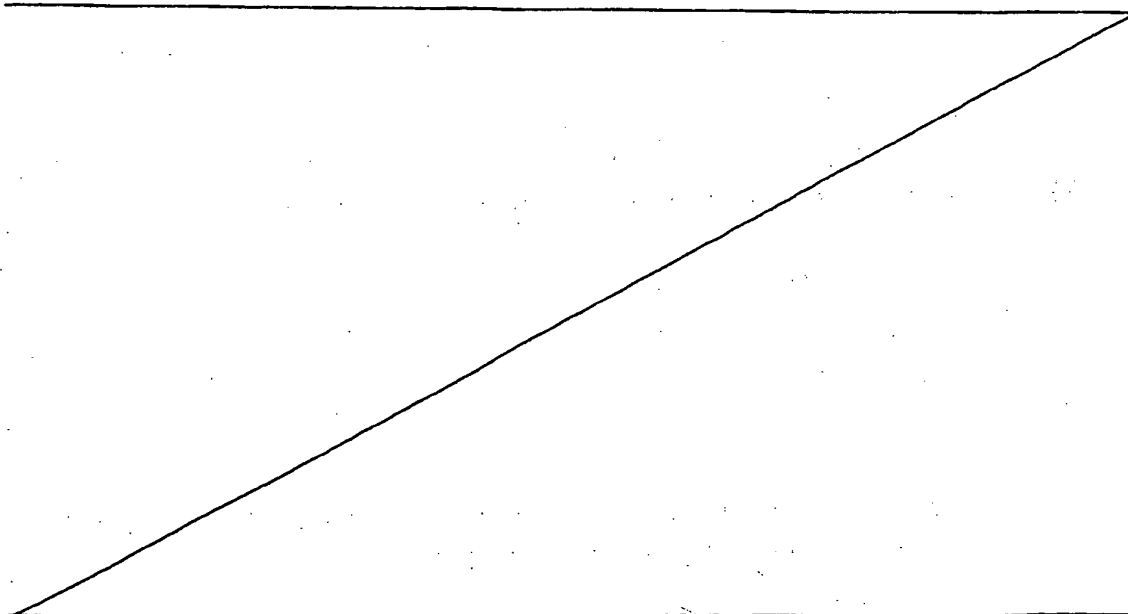
80 % d'acide acrylique

2 % d'acrylate d'éthyle

8 % d'acide méthacrylique

20 10 % de méthacryluréthane, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un radical tristyrylphényl, m et p sont égaux à zéro, q = 1, et n = 25.

25 Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau 2 suivant.



- TABLEAU 2 -

Viscosité Brookfield en mPa.s à 100 μ /min								
	Essai n°							
		T0	24 heures AVAG	2 jours AVAG	3 jours AVAG	7 jours AVAG	7 jours APAG	Sédimentation
Art antérieur	28	1650	1070	1200	1375	1760	1790	NON
Invention	29	268	431	451	450	508	301	NON
Invention	30	309	594	622	616	641	309	NON
Invention	31	551	710	754	726	759	509	NON
Invention	32	526	769	809	818	849	512	NON

La lecture du tableau 2 permet de mettre en évidence l'obtention de suspensions aqueuses de carbonate de calcium ayant des viscosités Brookfield faibles et stables dans le temps et ne présentant aucune tendance à sédimenter malgré la granulométrie moins fine des particules constitutives.

5

EXEMPLE 4 :

Cet exemple concerne la préparation de suspensions aqueuses de talc.

- 10 Dans ce but, avec le même mode opératoire à l'exception de la durée d'agitation qui est de 45 minutes et le même matériel que ceux utilisés dans l'exemple précédent, on mélange du talc Finntalc C10 de la société Finnminerals avec une quantité d'eau nécessaire pour obtenir une suspension à 65 % de concentration en matière sèche et une quantité de copolymère à tester correspondant à 2,0 % en poids sec de
- 15 copolymère acide sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

Essai n° 33 :

- 20 Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre un polyacrylate de sodium de viscosité spécifique égale à 0,45.

La mise en suspension est impossible à cause du blocage de l'agitateur dû à une viscosité trop élevée.

25 Essai n° 34 :

Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre un mélange constitué de 25 parts en poids d'un polyacrylate de sodium de viscosité spécifique égale à 0,45 et de 75 parts en poids d'un polyoxyde d'alkylène commercialisé sous le nom de Pluronic PE 4300 par la société BASF.

30

Essai n° 35 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 7,5 et composé, en pourcentage massique, de :

35

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyril phénol éthoxylé avec 16 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 36 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,0 et composé, en pourcentage massique, de :

- 5 90 % d'acide acrylique
10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 8 moles d'oxyde d'éthylène et oxypropylé avec 13 moles d'oxyde de propylène.

Essai n° 37 :

- 10 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

- 90 % d'acide acrylique
15 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 38 :

- 20 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,38 et composé, en pourcentage massique, de :

- 90 % d'acide acrylique
25 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 40 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 39 :

- Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,43 et composé, en pourcentage massique, de :

- 30 90 % d'acide acrylique
10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 60 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 40 :

- 35 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 2,59 et composé, en pourcentage massique, de :

- 90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 32 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1, et n = 25.

5

Essai n° 41 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 5,49 et composé, en pourcentage massique, de :

10

80 % d'acide acrylique

2 % d'acrylate d'éthyle

8 % d'acide méthacrylique

15

10 % de méthacryluréthane, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un radical tristyrylphényl, m et p sont égaux à zéro, q = 1, et n = 25.

Essai n° 42 :

20

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 3,02 et composé, en pourcentage massique, de :

97 % d'acide acrylique

3 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

25

Essai n° 43 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 3,31 et composé, en pourcentage massique, de :

95 % d'acide acrylique

30

5 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 44 :

35

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 3,94 et composé, en pourcentage massique, de :

93 % d'acide acrylique

7 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 45 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 3,74 et composé, en pourcentage massique, de :

5 85 % d'acide acrylique

15 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 46 :

10 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 7,53 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acide méthacrylique

15 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 47 :

20 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 5,58 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acide itaconique

25 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 48 :

30 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 7,16 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acide maléique

35 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 49 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 6,68 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5% d'acide acrylamido-méthyl-propane-sulfonique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

5

Essai n° 50 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,38 et composé, en pourcentage massique, de :

10

85 % d'acide acrylique

5 % d'acrylamide

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

15

Essai n° 51 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 5,71 et composé, en pourcentage massique, de :

20

85 % d'acide acrylique

5 % de phosphate de méthacrylate d'éthylène glycol

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

25

Essai n° 52 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 5,49 et composé, en pourcentage massique, de :

30

80 % d'acide acrylique

2 % d'acrylate d'éthyle

8 % d'acide méthacrylique

10 % de méthacryluréthane, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un radical tristyrylphényl, m et p sont égaux à zéro, q = 1, et n = 25.

35

Essai n° 53 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 1,94 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 54 :

5 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 2,66 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 55 :

15 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 3,38 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

20 Essai n° 56 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 12,04 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

25 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 57 :

30 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé, en pourcentage molaire, à 75 % par la soude et 25 % par la chaux, de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

35 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 58 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 50 % par la soude et 50 % par la chaux, de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

5 Essai n° 59 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé, en pourcentage molaire, à 25 % par la soude et 75 % par la chaux, de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 60 :

15 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé, en pourcentage molaire, à 75 % par la soude et 25 % par l'hydroxyde de magnésium, de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

20

Essai n° 61 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la potasse, de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

25 90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 62 :

30 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par l'ammoniaque de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

35 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans les tableaux 3.1. et 3.2. suivants.

- TABLEAU 3.1. -

	Essai n°	Viscosité Brookfield en mPa.s	
		10 t/min	100 t/min
Art antérieur	33	Impossible	Impossible
Art antérieur	34	700	270
Invention	35	2840	1290
Invention	36	800	950
Invention	37	840	560
Invention	38	1160	800
Invention	39	540	730
Invention	40	440	515
Invention	41	1360	1000
Invention	42	280	260
Invention	43	200	185
Invention	44	320	290
Invention	45	880	510
Invention	46	1280	570
Invention	47	1050	550
Invention	48	1600	635
Invention	49	1480	640
Invention	50	400	260
Invention	51	1400	630

- TABLEAU 3.2. -

	Essai n°	Viscosité Brookfield en mPa.s	
		10 t/min	100 t/min
Invention	52	1360	1000
Invention	53	400	460
Invention	54	460	470
Invention	55	840	600
Invention	56	2160	830
Invention	57	350	170
Invention	58	680	390
Invention	59	480	350
Invention	60	720	380
Invention	61	1450	710
Invention	62	700	390

La lecture des tableaux 3.1. et 3.2. permet de mettre en évidence l'obtention de suspensions aqueuses de talc selon l'invention ayant des viscosités Brookfield faibles à haute concentration en matière sèche.

- 5 Cette lecture permet en outre de constater que l'utilisation d'un polyacrylate couramment utilisé pour la mise en suspension de substances minérales à surface hydrophile ne permet pas d'obtenir des suspensions de talc à faible viscosité Brookfield.

10 EXEMPLE 5 :

Cet exemple concerne la préparation de suspensions aqueuses de mica.

- 15 Dans ce but, avec le même mode opératoire et le même matériel que ceux utilisés dans l'exemple 1, on mélange du mica commercialisé sous le nom de Ascoat 30 par la société Junghunzlauer GmbH avec une quantité d'eau nécessaire pour obtenir une suspension à 68 % de concentration en matière sèche et une quantité de copolymère à tester correspondant à 0,6 % en poids sec de copolymère sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

20

Essai n° 63 :

- 25 Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre un copolymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique 4,7 et composé en pourcentage massique de 90 % d'acide acrylique et 10 % de méthacrylate d'alcool laurique éthoxylé avec 23 moles d'oxyde d'éthylène.

25

Essai n° 64 :

- 30 Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre un copolymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,66 et composé en pourcentage massique de 90 % d'acide acrylique et 10 % de méthacrylate de nonyl phénol éthoxylé avec 30 moles d'oxyde d'éthylène.

30

Essai n° 65 :

- 35 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,0 et composé, en pourcentage massique, de :
90 % d'acide acrylique
10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 8 moles d'oxyde d'éthylène et oxypropylé avec 13 moles d'oxyde de propylène.

35

Essai n° 66 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

- 5 90 % d'acide acrylique
10 % de méthacrylate de tristeryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 67 :

10 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,38 et composé, en pourcentage massique, de :

- 15 90 % d'acide acrylique
10 % de méthacrylate de tristeryl phénol éthoxylé avec 40 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 68 :

20 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,43 et composé, en pourcentage massique, de :

- 90 % d'acide acrylique
10 % de méthacrylate de tristeryl phénol éthoxylé avec 60 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 69 :

25 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 2,54 et composé, en pourcentage massique, de :

- 30 95 % d'acide acrylique
5 % de méthacrylate, de formule générale (T) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle linéaire à 22 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1, et n = 25.

Essai n° 70 :

35 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,52 et composé, en pourcentage massique, de :

- 95 % d'acide acrylique

5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe $-N-(R''R''')$ avec R'' et R''' des chaînes alkyles linéaires à 12 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 2 et n = 25.

5 Essai n° 71 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 2,47 et composé, en pourcentage massique, de :

95 % d'acide acrylique

10 5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 28 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 25.

Essai n° 72 :

15 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,79 et composé, en pourcentage massique, de :

95 % d'acide acrylique

20 5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 30 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 25.

Essai n° 73 :

25 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 2,59 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

30 10 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 32 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 25.

Essai n° 74 :

35 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 3,02 et composé, en pourcentage massique, de :

97 % d'acide acrylique

3 % de méthacrylate de tristeryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 75 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 3,94 et composé, en pourcentage massique, de :

5 93 % d'acide acrylique

7 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 76 :

10 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 3,74 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

15 15 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 77 :

20 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,38 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acrylamide

25 10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 78 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 0,67 et composé, en pourcentage massique, de :

30 95 % d'acide acrylique

5 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 79 :

35 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,94 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

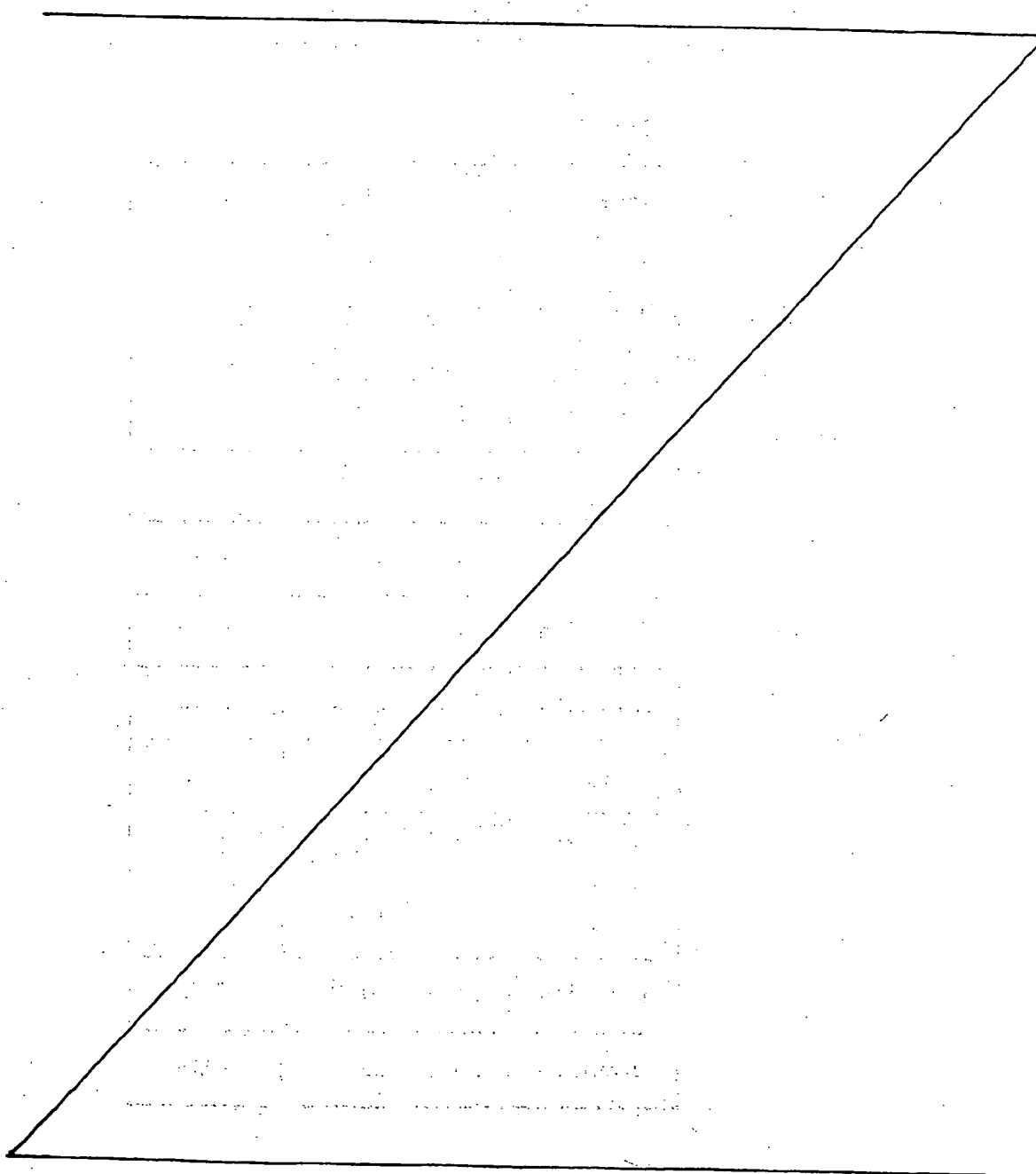
10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 80 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 2,66 et composé, en pourcentage massique, de :

- 5 90 % d'acide acrylique
10 % de méthacrylate de tristyril phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau 4 suivant.



- TABLEAU 4 -

	Essai n°	Viscosité Brookfield en mPa.s	
		10 t/min	100 t/min
Art antérieur	63	5200	1800
Art antérieur	64	5200	1600
Invention	65	1500	560
Invention	66	2550	940
Invention	67	3400	1300
Invention	68	2500	440
Invention	69	1250	770
Invention	70	1400	500
Invention	71	1100	440
Invention	72	1000	400
Invention	73	800	420
Invention	74	2800	1000
Invention	75	2000	1300
Invention	76	1000	440
Invention	77	1700	720
Invention	78	1550	670
Invention	79	1400	740
Invention	80	2300	1030

La lecture du tableau 4 permet de mettre en évidence l'obtention de suspensions aqueuses de mica selon l'invention ayant des viscosités Brookfield faibles à haute concentration en matière sèche.

- 5 Cette lecture permet en outre de constater que l'utilisation de copolymère dont le monomère tensioactif a un radical hydrophobe ayant moins de 22 atomes de carbone ne permet pas d'obtenir des suspensions aqueuses de mica à faible viscosité Brookfield.

10

EXEMPLE 6 :

Cet exemple concerne la préparation de suspensions aqueuses de kaolin.

- 15 Dans ce but, avec le même mode opératoire et le même matériel que ceux utilisés dans l'exemple 1, on mélange du kaolin commercialisé sous le nom de SPS par la société FCC avec, une quantité d'eau nécessaire pour obtenir une suspension à 66 % de concentration en matière sèche et une quantité de copolymère à tester correspondant à 0,52 % en poids sec de copolymère acide sec par rapport au poids
20 total de matière sèche présente dans la suspension.

Essai n° 81 :

Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre un polyacrylate de sodium de viscosité spécifique égale à 0,45.

25

Essai n° 82 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 0,40 et composé, en pourcentage massique, de :

30

95 % d'acide acrylique

5 % de méthacrylate de tristeryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Essai n° 83 :

35

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 0,42 et composé, en pourcentage massique, de :

95 % d'acide acrylique

5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 32 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 25.

5 Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau 5 suivant.

TABLEAU 5

	Essai n°	Viscosité en	Brookfield mPa.s
		10 T/min	100 T/min
Art antérieur	81	4000	850
Invention	82	3720	840
Invention	83	3700	710

10

La lecture du tableau 5 permet de mettre en évidence l'obtention de suspensions aqueuses de kaolin selon l'invention ayant des viscosités Brookfield faibles à haute concentration en matière sèche.

15

EXEMPLE 7 :

Cet exemple concerne la préparation de suspensions aqueuses de mélanges de matières minérales qu'elles soient à surface hydrophile ou à surface hydrophobe.

Essai n° 84 :

20

Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de carbonate de calcium et une suspension aqueuse de kaolin, puis à procéder au mélange équipondéral en matière sèche des deux suspensions aqueuses obtenues.

25

A cet effet, on prépare, à partir d'un marbre provenant d'un gisement norvégien de granulométrie dont 60 % des particules ont un diamètre inférieur à 2 micromètres, une suspension aqueuse de carbonate de calcium en introduisant, en pluie et sous agitation dans un b cher de deux litres contenant de l'eau, une quantit  dudit marbre n cessaire pour obtenir une suspension   70 % de concentration en mati re s che.

30

Ce b cher contient en outre une quantit  de copolym re   tester correspondant   0,5 % en poids de copolym re sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

Le copolymère mis en oeuvre dans cet essai après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

5 10 % de méthacrylate de tristyril phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

10 De la même manière et avec le même matériel on prépare, en même temps, une suspension aqueuse de kaolin (commercialisé sous le nom SPS par la société ECC) ayant une concentration en matière sèche de 63% et une teneur en copolymère à tester égale à 0,5 % en poids sec acide par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

15 Après 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les mélange en versant, dans un bécher, 714,3 grammes de l'une et 793,7 grammes de l'autre de manière à obtenir une suspension aqueuse à 50 % en poids sec de carbonate de calcium et à 50 % en poids sec de kaolin.

20 Après 10 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (T₁₀) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 1900 mPa.s.

25 Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (50 % / 50 % en poids sec) de carbonate de calcium et de kaolin facilement manipulable à forte concentration en matière sèche (66,3 %).

Essai n° 85 :

30 Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de carbonate de calcium et une suspension aqueuse de kaolin, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 70 % en poids sec de carbonate de calcium et 30 % en poids sec de kaolin.

35 A cet effet, on prépare, à partir d'un marbre provenant d'un gisement norvégien de granulométrie dont 60 % des particules ont un diamètre inférieur à 2 micromètres, une suspension aqueuse de carbonate de calcium en introduisant, en pluie et sous agitation dans un bécher de deux litres contenant de l'eau, une quantité dudit marbre nécessaire pour obtenir une suspension à 70 % de concentration en matière sèche. Ce bécher contient en outre une quantité de copolymère à tester correspondant à 0,5

% en poids de copolymère acide sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

5 Le copolymère mis en oeuvre dans cet essai est un polymère, qui après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :
90 % d'acide acrylique
10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

10 De la même manière et avec le même matériel on prépare, en même temps, une suspension aqueuse de kaolin (commercialisé sous le nom SPS par la société ECC) ayant une concentration en matière sèche de 63 % et une teneur en copolymère à tester égale à 0,5 % en poids sec acide par rapport au poids total de matière sèche
15 présente dans la suspension.

Après 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les mélange en versant, dans un bécher, 1000 grammes de l'une et 476,2 grammes de l'autre de manière à obtenir une suspension aqueuse à 70 % en poids sec de carbonate de calcium et à 30
20 % en poids sec de kaolin.

Après 10 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (l'o) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 1100 mPa.s.

25 Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (70 % / 30 % en poids sec) de carbonate de calcium et de kaolin facilement manipulable à forte concentration en matière sèche (67,7 %).

30 Essai n° 86 :

Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de kaolin et une suspension aqueuse de mica, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 50 % en poids sec de kaolin et 50 % en poids sec de mica.

35 A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de kaolin en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un bécher de deux litres équipé d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantité de kaolin (commercialisé sous le nom de SPS par la société ECC) nécessaire pour obtenir une suspension à 65,1 % de concentration

en matière sèche. Ce bécher contient en outre une quantité de copolymère à tester correspondant à 1,0 % en poids de copolymère acide sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

- 5 Le copolymère mis en oeuvre dans cet essai est un polymère qui, après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 2,54 et composé, en pourcentage massique, de :

95 % d'acide acrylique

- 10 5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle linéaire à 22 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 25.

- 15 De la même manière et avec le même matériel on prépare, en même temps, une suspension aqueuse de mica (commercialisé sous le nom Ascoat 30 par la société Jungbunzlauer GmbH) ayant une concentration en matière sèche de 67,4 % et une teneur en copolymère à tester égale à 0,6 % en poids sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

- 20 Après 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les mélange en versant, dans un bécher, 760 grammes de l'une et 742 grammes de l'autre de manière à obtenir une suspension aqueuse à 50 % en poids sec de kaolin et 50 % en poids sec de mica.

- 25 Après 10 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (1°) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 732 mPa.s.

- 30 Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (50 % / 50 % en poids sec) de kaolin et de mica facilement manipulable à forte concentration, en matière sèche (66,2 %).

Essai n° 87 :

- 35 Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de kaolin et une suspension aqueuse de mica, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 75 % en poids sec de kaolin et 25 % en poids sec de mica.

A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de kaolin en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un bécher de deux litres équipé d'un agitateur Pendraulik et

5 contenant de l'eau, une quantité de kaolin (commercialisé sous le nom de SPS par la société ECC) nécessaire pour obtenir une suspension à 65,1 % de concentration en matière sèche. Ce béccher contient en outre une quantité de copolymère à tester correspondant à 1,0 % en poids de copolymère acide sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

10 Le copolymère mis en oeuvre dans cet essai est un polymère qui, après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 2,54 et composé, en pourcentage massique, de :
95 % d'acide acrylique
5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle linéaire à 22 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 25.

15 De la même manière et avec le même matériel on prépare, en même temps, une suspension aqueuse de mica (commercialisé sous le nom Ascoat 30 par la société Junghunzlauer GmbH) ayant une concentration en matière sèche de 67,4 % et une teneur en copolymère à tester égale à 0,6 % en poids sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

20 Après 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les mélange en versant, dans un béccher, 1152 grammes de l'une et 371 grammes de l'autre de manière à obtenir une suspension aqueuse à 75 % en poids sec de kaolin et 25 % en poids sec de mica.

25 Après 10 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (T_0) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 1380 mPa.s.

30 Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (75 % / 25 % en poids sec) de kaolin et de mica facilement manipulable à forte concentration en matière sèche (65,6 %).

Essai n° 88 :

35 Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de talc et une suspension aqueuse de kaolin, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 75 % en poids sec de talc et 25 % en poids sec de kaolin.

5 A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de talc en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un b cher de deux litres  quipp  d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantit  de talc (commercialis  sous le nom de Finntalc C10 par la soci t  Finnminerals) n cessaire pour obtenir une suspension   64,9 % de concentration en mati re s che. Ce b cher contient en outre une quantit  de copolym re   tester correspondant   1,0 % en poids de copolym re acide sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

10 Le copolym re mis en oeuvre dans cet essai est un polym re qui, apr s neutralisation   100 % par la soude, est un polym re de viscosit  sp cifique  gale   4,38 et compos , en pourcentage massique, de :
85 % d'acide acrylique
5 % d'acrylamide
15 10 % de m thacrylate de tristyryl ph nol  thoxyl  avec 25 moles d'oxyde d' thyl ne.

20 De la m me mani re et avec le m me mat riel on pr pare, en m me temps, une suspension aqueuse de kaolin (commercialis  sous le nom SPESWHITE par la soci t  FCC) ayant une concentration en mati re s che de 65,1 % et une teneur en copolym re   tester  gale   1,0 % en poids sec acide par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

25 Apr s 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les m lange en versant, dans un b cher, 1155,6 grammes de l'une et 384 grammes de l'autre de mani re   obtenir une suspension aqueuse   75 % en poids sec de talc et 25 % en poids sec de kaolin.

30 Apr s 10 minutes d'agitation du m lange, on mesure,   temp rature ambiante, la viscosit  Brookfield (1 )   l'aide d'un viscosim tre Brookfield type DVII   100 t/min   l'aide du mobile ad quat. La viscosit  Brookfield mesur e est 1230 mPa.s.

35 Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (75 % / 25 % en poids sec) de talc et de kaolin facilement manipulable   forte concentration en mati re s che (65,0 %).

Essai n  89 :

Cet essai illustre l'invention et consiste   pr parer en parall le une suspension aqueuse de talc et une suspension aqueuse de kaolin, puis   proc der au m lange

pour obtenir une suspension à 50 % en poids sec de talc et 50 % en poids sec de kaolin.

5 A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de talc en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un b cher de deux litres  quipp  d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantit  de talc (commercialis  sous le nom de Finntalc C10 par la soci t  Finnminerals) n cessaire pour obtenir une suspension   64,9 % de concentration en mati re s che. Ce b cher contient en outre une quantit  de copolym re   tester correspondant   1,0 % en poids de copolym re acide sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

10 Le copolym re mis en oeuvre dans cet essai est un polym re qui, apr s neutralisation   100 % par la soude, est un polym re de viscosit  sp cifique  gale   4,38 et compos , en pourcentage massique, de :
15 85 % d'acide acrylique
5 % d'acrylamide
10 % de m thacrylate de tristyryl ph nol  thoxyl  avec 25 moles d'oxyde d' thyl ne.

20 De la m me mani re et avec le m me mat riel on pr pare, en m me temps, une suspension aqueuse de kaolin (commercialis  sous le nom SPESWHITE par la soci t  FCC) ayant une concentration en mati re s che de 65,1 % et une teneur en copolym re   tester  gale   1,0 % en poids sec acide par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

25 Apr s 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les m lange en versant, dans un b cher, 770,5 grammes de l'une et 768 grammes de l'autre de mani re   obtenir une suspension aqueuse   50 % en poids sec de talc et 50 % en poids sec de kaolin.

30 Apr s 10 minutes d'agitation du m lange, on mesure,   temp rature ambiante, la viscosit  Brookfield (To)   l'aide d'un viscosim tre Brookfield type DVII   100 t/min   l'aide du mobile ad quat. La viscosit  Brookfield mesur e est 2380 mPa.s.

35 Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (50 % / 50 % en poids sec) de talc et de kaolin facilement manipulable   forte concentration en mati re s che (65,0 %).

Essai n° 90 :

5 Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de talc et une suspension aqueuse de kaolin, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 25 % en poids sec de talc et 75 % en poids sec de kaolin.

10 A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de talc en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un b cher de deux litres  quipp  d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantit  de talc (commercialis  sous le nom de Finntalc C10 par la soci t  Finnminerals) n cessaire pour obtenir une suspension   64,9 % de concentration en mati re s che. Ce b cher contient en outre une quantit  de copolym re   tester correspondant   1,0 % en poids de copolym re acide sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

15 Le copolym re mis en oeuvre dans cet essai est un polym re, qui apr s neutralisation   100 % par la soude, est un polym re de viscosit  sp cifique  gale   4,38 et compos , en pourcentage massique, de :
85 % d'acide acrylique
5 % d'acrylamide
20 10 % de m thacrylate de tristyryl ph nol  thoxyl  avec 25 moles d'oxyde d' thyl ne.

25 De la m me mani re et avec le m me mat riel on pr pare, en m me temps, une suspension aqueuse de kaolin (commercialis  sous le nom SPESWHITE par la soci t  FCC) ayant une concentration en mati re s che de 65,1 % et une teneur en copolym re   tester  gale   1,0 % en poids sec acide par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

30 Apr s 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les m lange en versant, dans un b cher, 385,2 grammes de l'une et 1152 grammes de l'autre de mani re   obtenir une suspension aqueuse   25 % en poids sec de talc et 75 % en poids sec de kaolin.

35 Apr s 10 minutes d'agitation du m lange, on mesure,   temp rature ambiante, la viscosit  Brookfield (1 )   l'aide d'un viscosim tre Brookfield type DVII   100 t/min   l'aide du mobile ad quat. La viscosit  Brookfield mesur e est 1860 mPa.s.

Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (25 % / 75 % en poids sec) de talc et de kaolin facilement manipulable à forte concentration en matière sèche (65,0 %).

5 Essai n° 91 :

Cet essai illustre l'art antérieur et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de talc et une suspension aqueuse de carbonate de calcium, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 75 % en poids sec de talc et 25 % en poids sec de carbonate de calcium.

10

15

20

A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de talc en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un b cher de deux litres  quipp  d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantit  de talc (commercialis  sous le nom de Finntalc C10 par la soci t  Finnminerals) n cessaire pour obtenir une suspension   64,9 % de concentration en mati re s che. Ce b cher contient en outre une quantit  de polyacrylate de sodium de viscosit  sp cifique  gale   0,48   tester, correspondant   0,15 % en poids de copolym re sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension et une quantit  d'un polyoxyde d'alkyl ne (commercialis  sous le nom de Pluronic PF 4300 par la soci t  BASF) correspondant   1,4 % en poids sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension ainsi qu'une quantit  de soude correspondant   0,08% en poids par rapport au poids sec de mati re s che pr sente dans la suspension.

25

De la m me mani re et avec le m me mat riel on pr pare, en m me temps,   partir d'un marbre provenant d'un gisement norv gien de granulom trie dont 75 % des particules ont un diam tre inf rieur   1 microm tre, une suspension aqueuse de carbonate de calcium ayant une concentration en mati re s che de 65% et une teneur en polyacrylate de sodium  gale   0,5 % en poids sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

30

Apr s 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les m lange en versant, dans un b cher, 1155,5 grammes de l'une et 384,6 grammes de l'autre de mani re   obtenir une suspension aqueuse   75 % en poids sec de talc et 25 % en poids sec de carbonate de calcium.

35

Apr s 10 minutes d'agitation du m lange, on mesure,   temp rature ambiante, la viscosit  Brookfield (1 )   l'aide d'un viscosim tre Brookfield type DVII   100 t/min   l'aide du mobile ad quat. La viscosit  Brookfield mesur e est 150 mPa.s.

Ainsi, la suspension aqueuse obtenue est une suspension mixte (75 % / 25 % en poids sec) de talc et de carbonate de calcium facilement manipulable à forte concentration en matière sèche (65,0 %) mais nécessitant l'utilisation de deux formules dispersantes différentes, l'une pour la charge minérale hydrophile, l'autre pour la charge minérale hydrophobe.

Essai n° 92 :

Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de talc et une suspension aqueuse de carbonate de calcium, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 75 % en poids sec de talc et 25 % en poids sec de carbonate de calcium.

A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de talc en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un b cher de deux litres  quipp  d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantit  de talc (commercialis  sous le nom de Finntalc C10 par la soci t  Finnminerals) n cessaire pour obtenir une suspension   64,9 % de concentration en mati re s che. Ce b cher contient en outre une quantit  de copolym re   tester correspondant   1,0 % en poids de copolym re acide sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

Le copolym re mis en  uvre dans cet essai est un polym re qui, apr s neutralisation   100 % par la soude, est un polym re de viscosit  sp cifique  gale   4,38 et compos , en pourcentage massique, de :

- 85 % d'acide acrylique
- 5 % d'acrylamide
- 10 % de m thacrylate de tristyryl ph nol  thoxyl  avec 25 moles d'oxyde d' thyl ne.

De la m me mani re et avec le m me mat riel on pr pare, en m me temps,   partir d'un marbre provenant d'un gisement norv gien de granulom trie dont 75 % des particules ont un diam tre inf rieur   1 microm tre, une suspension aqueuse de carbonate de calcium ayant une concentration en mati re s che de 65% et une teneur en copolym re   tester  gale   1.0 % en poids sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

Apr s 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les m lange en versant, dans un b cher, 1155,5 grammes de l'une et 384,6 grammes de l'autre de mani re   obtenir une suspension aqueuse   75 % en poids sec de talc et 25 % en poids sec de carbonate de calcium.

Après 10 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (1°) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 150 mPa.s.

5 Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (75 % / 25 % en poids sec) de talc et de carbonate de calcium facilement manipulable à forte concentration en matière sèche (65,0 %), ceci à l'aide de l'utilisation d'un seul dispersant.

10 Essai n° 93 :

Cet essai illustre l'art antérieur et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de talc et une suspension aqueuse de carbonate de calcium, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 50 % en poids sec de talc et 50 % en poids sec de carbonate de calcium.

15

A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de talc en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un b cher de deux litres  quip  d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantit  de talc (commercialis  sous le nom de Finntalc C10 par la soci t  Finnminerals) n cessaire pour obtenir une suspension   64,9 % de concentration en mati re s che. Ce b cher contient en outre une quantit  de polyacrylate de sodium de viscosit  sp cifique  gale   0,48   tester, correspondant   0,15 % en poids de copolym re sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension et une quantit  d'un polyoxyde d'alkyl ne (commercialis  sous le nom de Pluronic PF 4300 par la soci t  BASF) correspondant   1,4 % en poids sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension ainsi qu'une quantit  de soude correspondant   0,08% en poids par rapport au poids sec de mati re s che pr sente dans la suspension.

20

25

30

De la m me mani re et avec le m me mat riel on pr pare, en m me temps,   partir d'un marbre provenant d'un gisement norv gien de granulom trie dont 75 % des particules ont un diam tre inf rieur   1 microm tre, une suspension aqueuse de carbonate de calcium ayant une concentration en mati re s che de 65% et une teneur en polyacrylate de sodium  gale   0,5 % en poids sec par rapport au poids total de mati re s che pr sente dans la suspension.

35

Apr s 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les m lange en versant, dans un b cher, 770,4 grammes de l'une et 769,2 grammes de l'autre de mani re   obtenir une suspension aqueuse   50 % en poids sec de talc et 50 % en poids sec de carbonate de calcium.

Après 10 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (1°) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 350 mPa.s pour une concentration en matière sèche de 65,0%.

5

Il est à noter que l'essai a nécessité l'utilisation de deux formules dispersantes différentes, l'une pour la charge minérale hydrophile, l'autre pour la charge minérale hydrophobe.

10

Essai n° 94 :

Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de talc et une suspension aqueuse de carbonate de calcium, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 50 % en poids sec de talc et 50 % en poids sec de carbonate de calcium.

15

A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de talc en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un bœcher de deux litres équipé d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantité de talc (commercialisé sous le nom de Finntalc C10 par la société Finnminerals) nécessaire pour obtenir une suspension à 64,9 % de concentration en matière sèche et une quantité de copolymère à tester correspondant à 1,0 % en poids de copolymère acide sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

20

25

Le copolymère mis en oeuvre dans cet essai est un polymère qui, après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,38 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acrylamide

30

10 % de méthacrylate de tristyril phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

35

De la même manière et avec le même matériel on prépare, en même temps, à partir d'un marbre provenant d'un gisement norvégien de granulométrie dont 75 % des particules ont un diamètre inférieur à 1 micromètre, une suspension aqueuse de carbonate de calcium ayant une concentration en matière sèche de 65% et une teneur en copolymère à tester égale à 1 % en poids sec acide par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

Après 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les mélange en versant, dans un bécher, 770,4 grammes de l'une et 769,2 grammes de l'autre de manière à obtenir une suspension aqueuse à 50 % en poids sec de talc et 50 % en poids sec de carbonate de calcium.

5

Après 10 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (To) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 350 mPa.s.

10

Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (50 % / 50 % en poids sec) de talc et de carbonate de calcium facilement manipulable à forte concentration en matière sèche (65,0 %), ceci à l'aide de l'utilisation d'un seul dispersant.

15

Essai n° 95 :

Cet essai illustre l'art antérieur et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de talc et une suspension aqueuse de carbonate de calcium, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 25 % en poids sec de talc et 75 % en poids sec de carbonate de calcium.

20

A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de talc en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un bécher de deux litres équipé d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantité de talc (commercialisé sous le nom de Finntalc C10 par la société Finnminerals) nécessaire pour obtenir une suspension à 64,9 % de concentration en matière sèche. Ce bécher contient en outre une quantité de polyacrylate de sodium de viscosité spécifique égale à 0,48 à tester, correspondant à 0,15 % en poids de copolymère sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension et une quantité d'un polyoxyde d'alkylène (commercialisé sous le nom de Pluronic PF. 4300 par la société BASF) correspondant à 1,4 % en poids sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension ainsi qu'une quantité de soude correspondant à 0,08% en poids par rapport au poids sec de matière sèche présente dans la suspension.

30

35

De la même manière et avec le même matériel on prépare, en même temps, à partir d'un marbre provenant d'un gisement norvégien de granulométrie dont 75 % des particules ont un diamètre inférieur à 1 micromètre, une suspension aqueuse de carbonate de calcium ayant une concentration en matière sèche de 65% et une teneur en polyacrylate de sodium égale à 0,5 % en poids sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

Après 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les mélange en versant, dans un bécher, 385,2 grammes de l'une et 1153,8 grammes de l'autre de manière à obtenir une suspension aqueuse à 25 % en poids sec de talc et 75 % en poids sec de carbonate de calcium.

Après 10 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (T_0) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 465 mPa.s, pour une concentration en matière sèche de 65%.

Il est à noter que l'essai a nécessité l'utilisation de deux formules dispersantes différentes, l'une pour la charge minérale hydrophile, l'autre pour la charge minérale hydrophobe.

Essai n° 96 :

Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer en parallèle une suspension aqueuse de talc et une suspension aqueuse de carbonate de calcium, puis à procéder au mélange pour obtenir une suspension à 25 % en poids sec de talc et 75 % en poids sec de carbonate de calcium.

A cet effet, on prépare la suspension aqueuse de talc en introduisant, en pluie et sous agitation, dans un bécher de deux litres équipé d'un agitateur Pendraulik et contenant de l'eau, une quantité de talc (commercialisé sous le nom de Finntalc C10 par la société Finnminerals) nécessaire pour obtenir une suspension à 64,9 % de concentration en matière sèche et une quantité de copolymère à tester correspondant à 1,0 % en poids de copolymère acide sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

Le copolymère mis en oeuvre dans cet essai est un polymère qui, après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,38 et composé, en pourcentage massique, de :

85 % d'acide acrylique

5 % d'acrylamide

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

De la même manière et avec le même matériel on prépare, en même temps, à partir d'un marbre provenant d'un gisement norvégien de granulométrie dont 75 % des particules ont un diamètre inférieur à 1 micromètre, une suspension aqueuse de

carbonate de calcium ayant une concentration en matière sèche de 65 % et une teneur en copolymère à tester égale à 1 % en poids sec acide par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

5 Après 20 minutes d'agitation de ces deux suspensions, on les mélange en versant, dans un bécher, 385,2 grammes de l'une et 1153,8 grammes de l'autre de manière à obtenir une suspension aqueuse à 25 % en poids sec de talc et 75 % en poids sec de carbonate de calcium.

10 Après 10 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (1°) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 220 mPa.s.

15 Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (25 % / 75 % en poids sec) de talc et de carbonate de calcium facilement manipulable à forte concentration en matière sèche (65,0 %), ceci à l'aide de l'utilisation d'un seul dispersant.

Essai n° 97 :

20 Cet essai illustre l'invention et consiste à préparer directement une suspension aqueuse mixte 50 % en poids sec de carbonate de calcium et 50 % en poids sec de talc.

25 A cet effet, on prépare, à partir d'un marbre provenant d'un gisement norvégien de granulométrie dont 60 % des particules ont un diamètre inférieur à 2 micromètres et à partir du talc commercialisé sous le nom de Finntalc C10 par la société Finnminerals, une suspension aqueuse mixte de carbonate de calcium et de talc en introduisant, en pluie et sous agitation dans un bécher de deux litres contenant de l'eau, une même quantité dudit marbre et dudit talc nécessaire pour obtenir une
30 suspension à 65 % de concentration en matière sèche. Ce bécher contient en outre une quantité de copolymère à tester correspondant à 2,0 % en poids de copolymère acide sec par rapport au poids total de matière sèche présente dans la suspension.

35 Le copolymère mis en oeuvre dans cet essai est un polymère qui, après neutralisation à 100 % par la soude, est un polymère de viscosité spécifique égale à 4,35 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate de tristyryl phénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

Après 20 minutes d'agitation du mélange, on mesure, à température ambiante, la viscosité Brookfield (1°) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type DVII à 100 t/min à l'aide du mobile adéquat. La viscosité Brookfield mesurée est 350 mPa.s.

- 5 Ainsi, la suspension aqueuse obtenue, selon l'invention, est une suspension mixte (50% / 50% en poids sec) de carbonate de calcium et de talc facilement manipulable à forte concentration en matière sèche (65 %).

EXEMPLE 8 :

- 10 Cet exemple concerne la préparation d'une suspension de carbonate de calcium grossier soumise à un broyage pour l'affiner en une suspension microparticulaire. Dans ce but, une suspension de carbonate de calcium grossier a été préparée à partir d'un carbonate de calcium naturel commercialisé sous le nom BL 200 par la société OMYA S.A., en mettant en oeuvre les divers agents d'aide au broyage à tester :

15

Essai n° 98 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 0,67 et composé, en pourcentage massique, de :

20

95 % d'acide acrylique

5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 32 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 25.

25

Essai n° 99 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 4,6 et composé, en pourcentage massique, de :

90 % d'acide acrylique

30

10 % de méthacrylate de tristyrylphénol éthoxylé avec 25 moles d'oxyde d'éthylène.

35

Pour chaque essai, on a préparé une suspension aqueuse de carbonate de calcium provenant du gisement d'Orgon (France), ayant une granulométrie inférieure à 10 micromètres.

La suspension aqueuse a une concentration en matière sèche de 76 % en poids par rapport à la masse totale.

L'agent d'aide au broyage est introduit dans cette suspension selon les quantités indiquées dans le tableau ci-après exprimées en pour cent en poids sec par rapport à la masse de carbonate de calcium sec à broyer.

- 5 La suspension circule dans un broyeur du type Dyno-Mill à cylindre fixe et impulseur tournant, dont le corps broyant est constitué par des billes de corindon de diamètre compris dans l'intervalle 0,6 millimètre à 1,0 millimètre.

10 Le volume total occupé par le corps broyant est de 1 150 centimètres cubes tandis que sa masse est de 2 900 g.

La chambre de broyage a un volume de 1 400 centimètres cubes.

La vitesse circonférentielle du broyeur est de 10 mètres par seconde.

- 15 La suspension de carbonate de calcium est recyclée à raison de 18 litres par heure.

La sortie du broyeur Dyno-Mill est munie d'un séparateur de mailles 200 micromètres permettant de séparer la suspension résultant du broyage et le corps broyant.

20

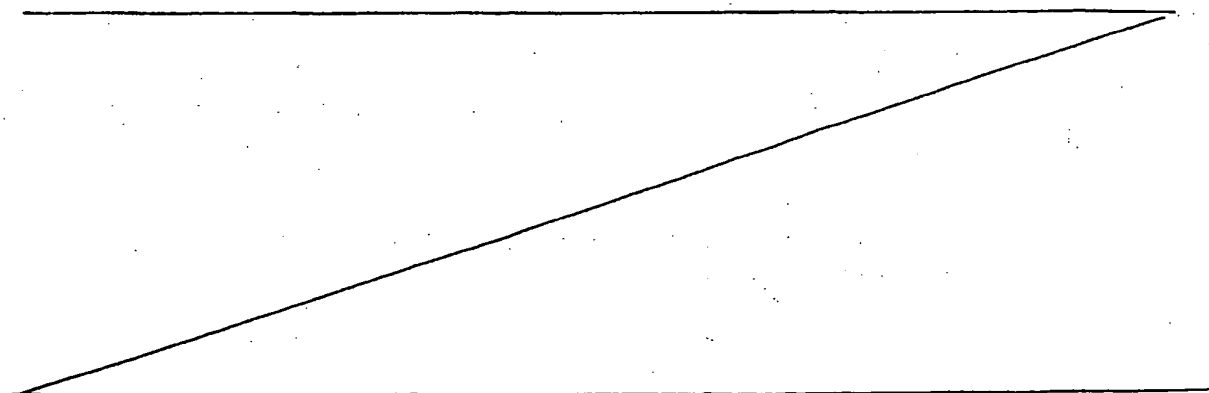
La température lors de chaque essai de broyage est maintenue à 60°C environ.

- 25 A la fin du broyage (T0), on récupère dans un flacon un échantillon de la suspension pigmentaire affinée et on mesure la viscosité à l'aide d'un viscosimètre Brookfield type RVT, à une température de 20°C et une vitesse de rotation de 10 tours par minute et 100 tours par minute avec le mobile adéquat.

La granulométrie est déterminée par la mesure à l'aide d'un Sédigraph 5100 de la société Micromeritics.

30

Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau 6 suivant.



- TABLEAU 6 -

Essai n°	Agent d'aide au broyage utilisé			Granulométrie % < 1 µm		Viscosité Brookfield en mPa.s	
	Viscosité spécifique	Consommation % sec/sec				10 t/min	100 t/min
Invention	0,67	1,27		31		8100	1250
Invention	4,6	1,1		45		8500	2040

La lecture du tableau 6 permet de constater l'obtention de suspensions aqueuses de carbonate de calcium affinées à haute concentration en matière sèche.

EXEMPLE 9 :

- 5 Cet exemple concerne la préparation d'une suspension aqueuse de mica grossier (commercialisé par la société Junghunzlauer GmbH sous le nom ASCOAT 30, de granulométrie dont 18 % des particules ont un diamètre inférieur à 1 micromètre) soumise à un broyage pour l'affiner en une suspension microparticulaire.

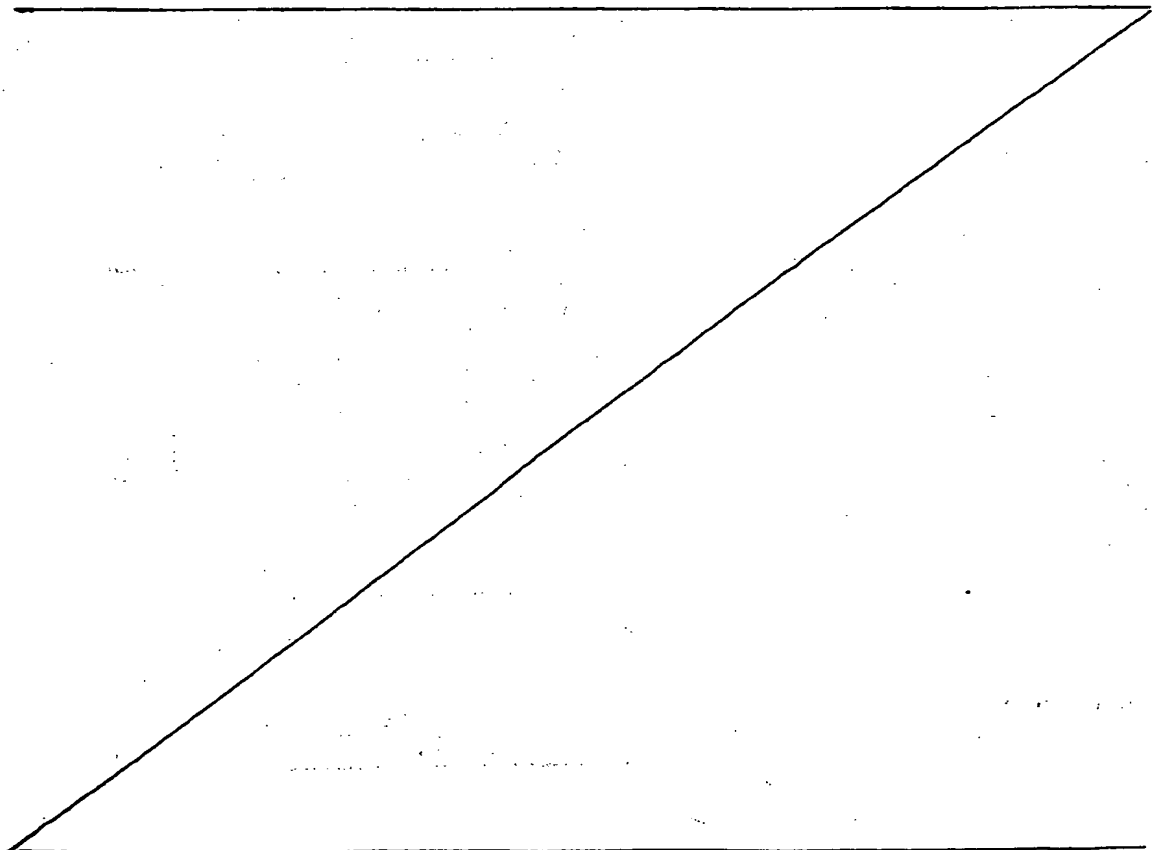
10 Essai n° 100 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre, avec le même matériel et le même mode opératoire que ceux de l'exemple 8 à l'exception de la matière sèche de la suspension qui est égale à 65 %, un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,85 et composé, en pourcentage massique, de :

- 15 95 % d'acide acrylique

5 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 32 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 25.

- 20 Les résultats obtenus figurent dans le tableau 7 suivant :



- TABLEAU 7 -

	Essai n°	Agent d'aide au broyage utilisé		Granulométrie % < 1 µm	Viscosité Brookfield en mPa.s	
		Viscosité spécifique	Consommation % sec/sec		10 t/min	100 t/min
Invention	100	1,85	0,70	36,1	25000	4100

La lecture du tableau 7 permet de constater l'obtention de suspensions aqueuses de mica affinées à haute concentration en matière sèche, ce qui est impossible par la mise en oeuvre d'un agent de l'art antérieur.

5

EXEMPLE 10 :

Cet exemple concerne la mesure du comportement rhéologique de suspensions aqueuses de carbonate de calcium préparées selon le mode opératoire de l'exemple 1.

10

Après les 20 minutes d'agitation, on mesure, à température ambiante, le comportement rhéologique de la suspension ainsi préparée au moyen d'un viscoélasticimètre StressTech® de la Société Reologica Instruments AB (Suède) équipé de cylindres coaxiaux CC25.

15

Le mode opératoire pour la mesure du comportement rhéologique de la suspension est identique pour chacun des essais, à savoir pour chaque essai, on injecte dans le cylindre du viscoélasticimètre un échantillon de la suspension préparée par la mise en oeuvre du polymère à tester et on lui applique un précisaillement de 10 Pa pendant 12 secondes puis après 180 secondes d'attente correspondant au temps d'équilibre, on lui applique un cisaillement progressant linéairement de 0,025 Pa à 2,5 Pa en 100 secondes et 40 intervalles.

20

25

La limite d'écoulement, correspondant au cisaillement à appliquer à la suspension pour rompre les liaisons internes et obtenir une suspension dont la viscosité diminue, est déterminée par la valeur maximale de la courbe viscosité en Pa.s en fonction du cisaillement en Pa.

30

Essai n° 101 :

Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre la suspension aqueuse de l'essai n° 1.

35

Essai n° 102 :

Cet essai, illustrant l'invention met en oeuvre la suspension aqueuse de l'essai n° 8.

Essai n° 103 :

Cet essai, illustrant l'invention met en oeuvre la suspension aqueuse de l'essai n° 9.

Essai n° 104 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre une suspension aqueuse contenant un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,83 et composé, en pourcentage massique, de :

5 90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 32 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 35.

10 Essai n° 105 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre une suspension aqueuse contenant un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,80 et composé de :

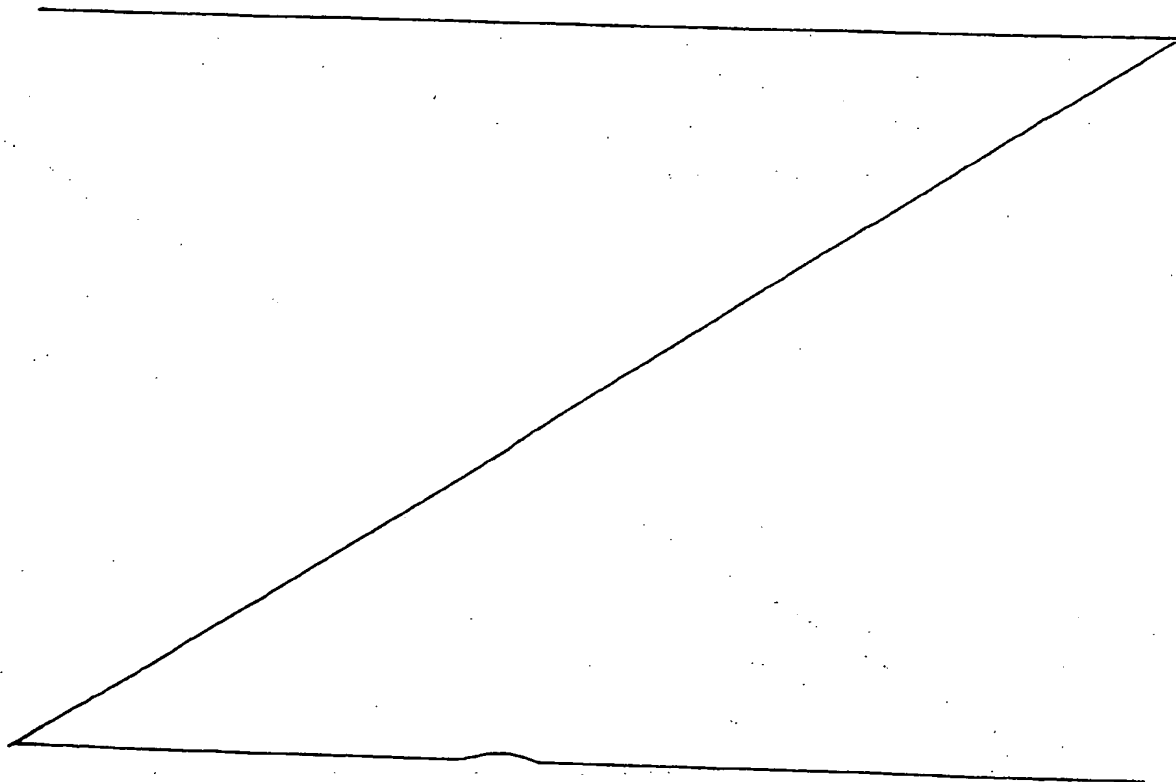
90 % d'acide acrylique

15 10 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 32 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 2 et n = 25.

Essai n° 106 :

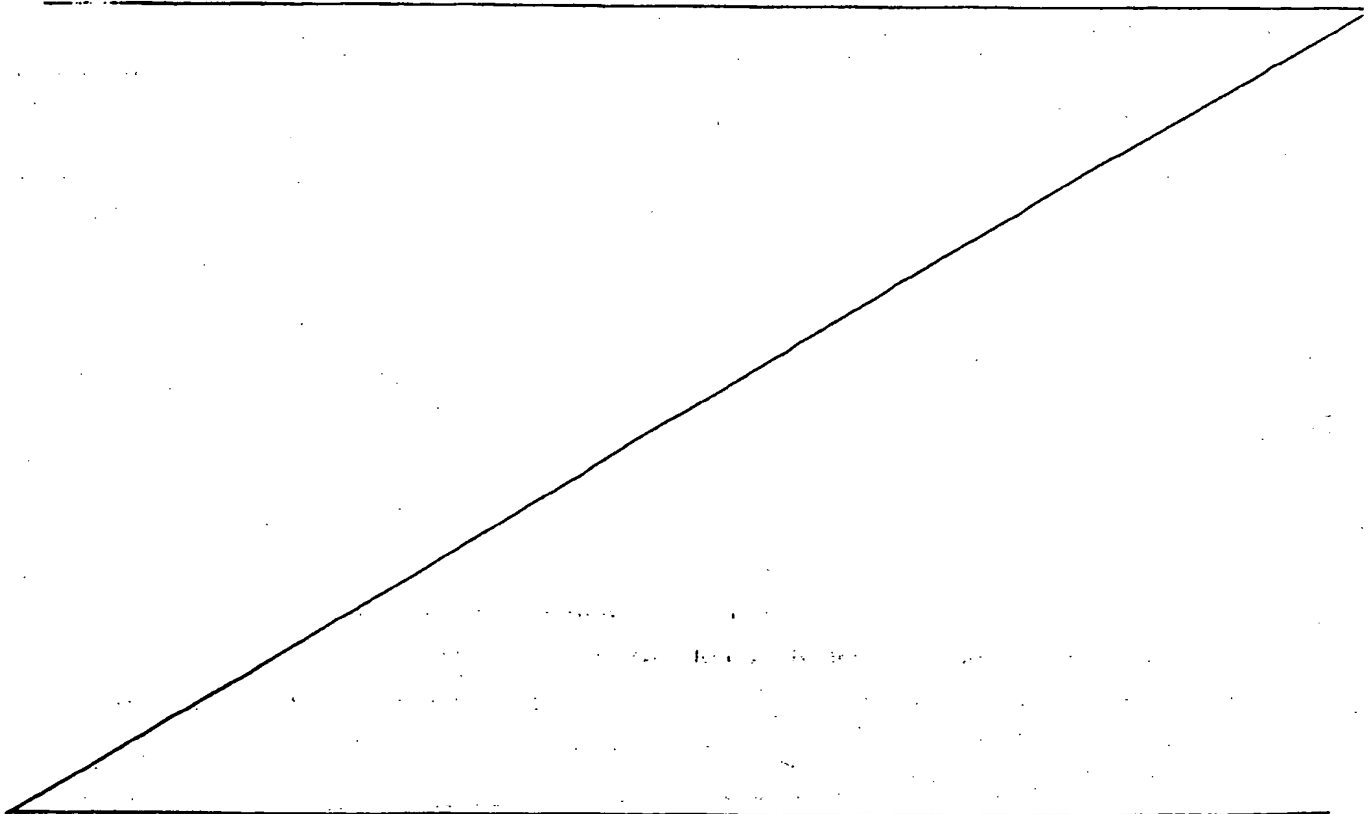
20 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre la suspension aqueuse de l'essai n° 6.

Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau 8 suivant.



- TABLEAU 8 -

	Essai n°	Viscosité en Pa.s	Limite d'écoulement Pa
Art antérieur	101	362,8	0,4603
Invention	102	40,9	0,8459
Invention	103	94,6	1,1450
Invention	104	118,5	0,7363
Invention	105	124,8	0,6744
Invention	106	129	0,8600



La lecture du tableau 8 permet de constater que les suspensions aqueuses de carbonate de calcium selon l'invention possèdent une limite d'écoulement supérieure à celles de l'art antérieur, caractéristique de suspensions présentant une bonne stabilité.

5

EXEMPLE 11 :

Cet exemple concerne la mesure du comportement rhéologique de suspensions aqueuses de talc préparées selon le mode opératoire de l'exemple 4.

10

Pour tous les essais suivants, le mode opératoire et le matériel utilisés pour cette mesure sont identiques à ceux mis en oeuvre dans l'exemple 10.

Essai n° 107 :

15

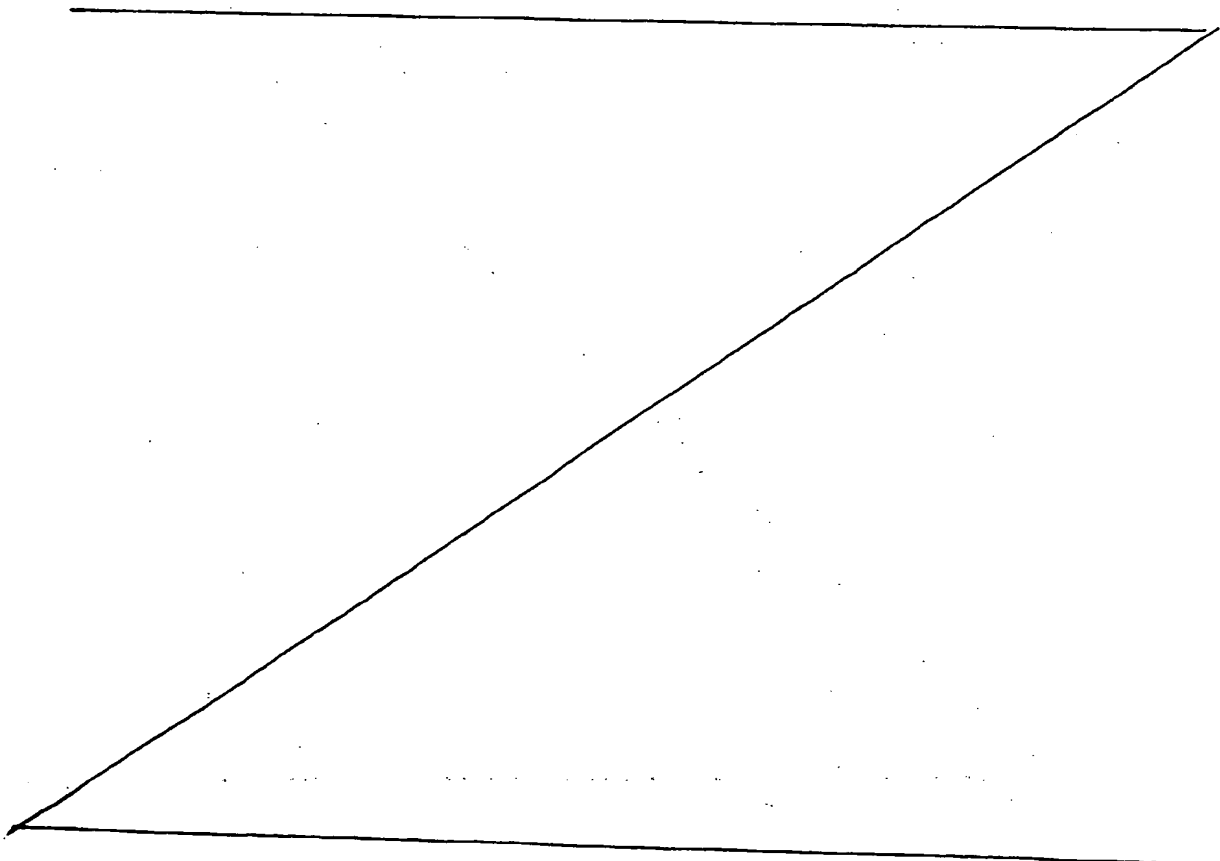
Cet essai illustrant l'art antérieur met en oeuvre la suspension aqueuse de l'essai n° 34.

Essai n° 108 :

Cet essai illustrant l'invention met en oeuvre la suspension aqueuse de l'essai n° 37.

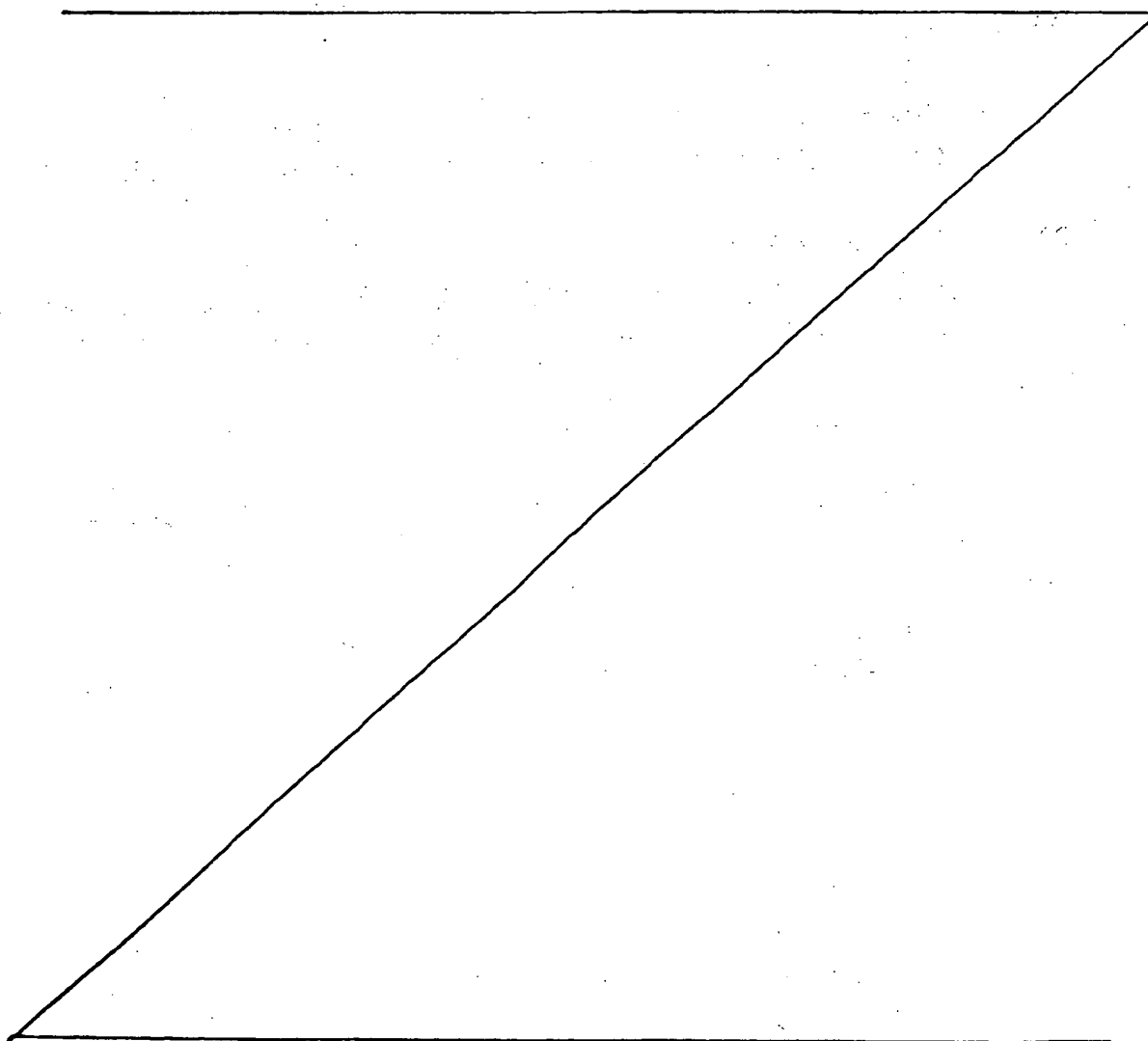
20

Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau 9 suivant.



- TABLEAU 9 -

	Essai n°	Viscosité en Pa.s	Limite d'écoulement Pa
Art antérieur	107	22,9	0,1180
Invention	108	14,7	0,3035



La lecture du tableau 9 permet de constater que les suspensions aqueuses de talc selon l'invention possèdent une limite d'écoulement plus élevée que celle de l'art antérieur, caractéristique de suspensions présentant une bonne stabilité.

5 EXEMPLE 12 :

Cet exemple concerne la mesure du comportement rhéologique de suspensions aqueuses de mica préparées selon le mode opératoire de l'exemple 5.

10 Pour tous les essais suivants, le mode opératoire et le matériel utilisés pour cette mesure sont identiques à ceux mis en oeuvre dans l'exemple 10.

Essai n° 109 :

Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre une suspension aqueuse contenant un polyacrylate de sodium de viscosité spécifique égale à 0,45.

15

Essai n° 110 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre une suspension aqueuse contenant un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 1,83 et composé de :

20

90 % d'acide acrylique

10 % de méthacrylate, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un groupe alkyle ramifié à 32 atomes de carbone, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 50.

25

Essai n° 111 :

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre une suspension aqueuse de l'essai n° 74.

Essai n° 112 :

30

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre une suspension aqueuse contenant un polymère neutralisé à 100 % par la soude, de viscosité spécifique égale à 5,49 et composé, en pourcentage massique de :

80 % d'acide acrylique

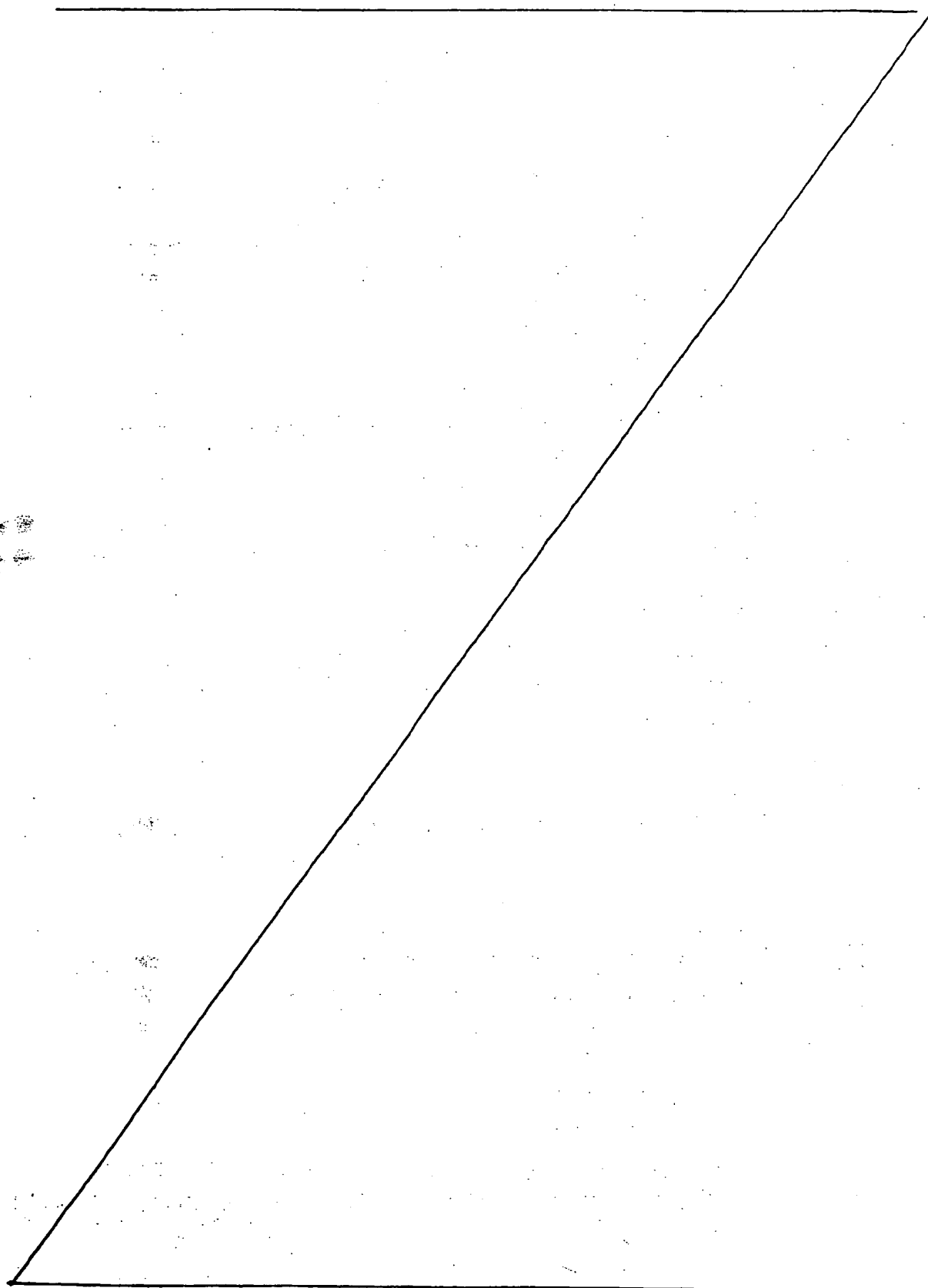
2 % d'acrylate d'éthyle

35

8 % d'acide méthacrylique

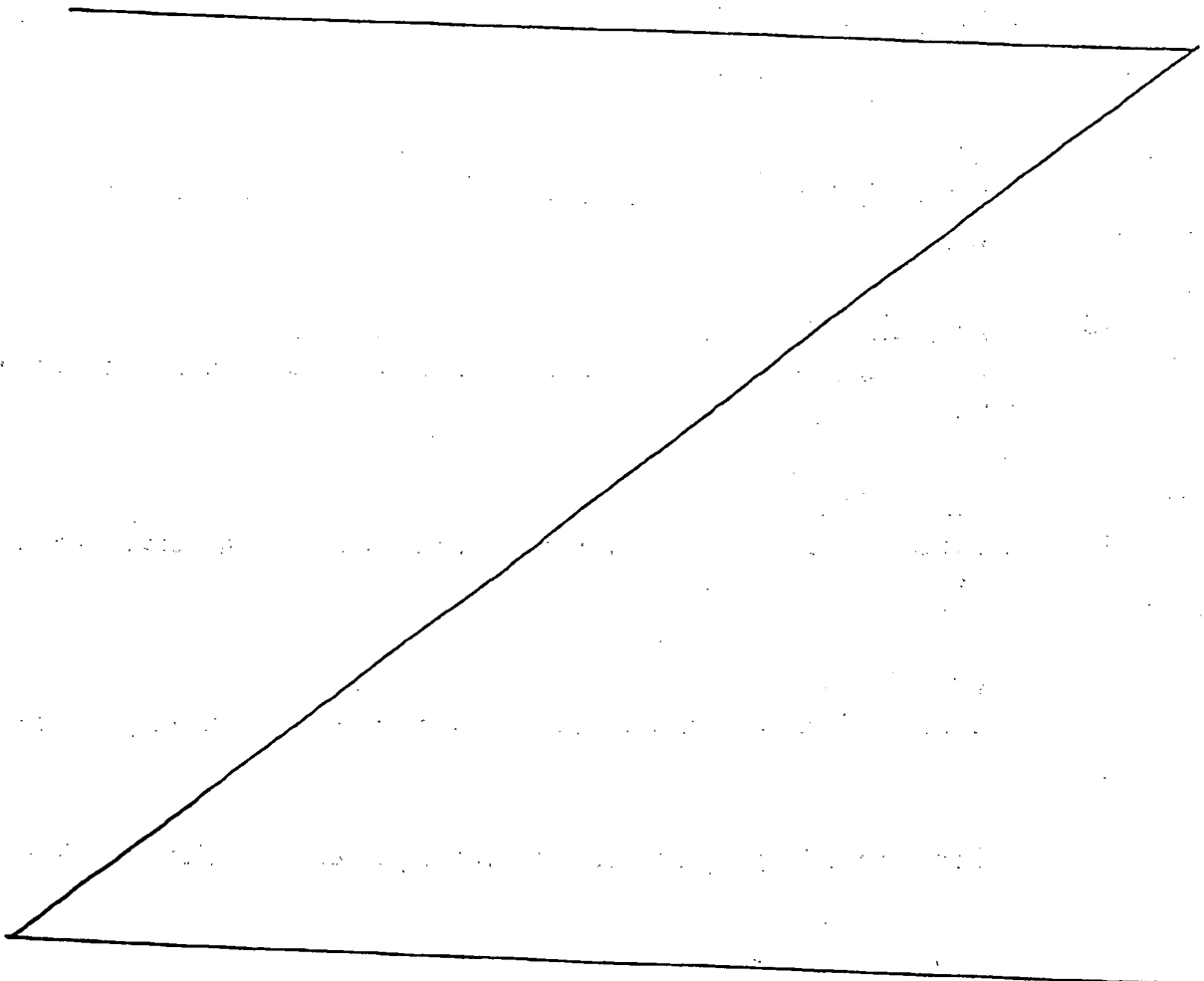
10 % de méthacryluréthane, de formule générale (I) dans laquelle le radical hydrophobe R' est un radical tristyrylphényl, m et p sont égaux à zéro, q = 1 et n = 25.

Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau 10 suivant.



- TABLEAU 10-

	Essai n°	Viscosité en Pa.s	Limite d'écoulement Pa
Art antérieur	109	15,5	0,1368
Invention	110	50,5	0,4758
Invention	111	28,4	0,6913
Invention	112	43,6	1,046



La lecture du tableau 10 permet de constater que les suspensions aqueuses de mica selon l'invention possèdent une limite d'écoulement plus élevée que celle de l'art antérieur, caractéristique de suspensions présentant une bonne stabilité.

5 EXEMPLE 13 :

Cet exemple concerne la mesure du comportement rhéologique de suspensions aqueuses de talc et de carbonate de calcium préparées selon le mode opératoire de l'exemple 7.

10 Pour tous les essais suivants, le mode opératoire et le matériel utilisés pour cette mesure sont identiques à ceux mis en oeuvre dans l'exemple 10.

Essai n° 113 :

15 Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre une suspension aqueuse de l'essai n° 91.

Essai n° 114 :

20 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre une suspension aqueuse de l'essai n° 92.

Essai n° 115 :

25 Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre une suspension aqueuse de l'essai n° 93.

Essai n° 116 :

30 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre une suspension aqueuse de l'essai n° 94.

Essai n° 117 :

35 Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre une suspension aqueuse de l'essai n° 95.

Essai n° 118 :

35 Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre une suspension aqueuse de l'essai n° 96.

Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau 11 suivant.

- TABLEAU 11 -

	Essai n°	Viscosité en Pa.s	Limite d'écoulement Pa
Art antérieur	113	68,7	0,304
Invention	114	139	1,083
Art antérieur	115	736	0,958
Invention	116	14200	3,994
Art antérieur	117	5790	1,912
Invention	118	5190	2,9480

La lecture du tableau 11 permet de constater que les suspensions aqueuses de talc et de carbonate de calcium selon l'invention possèdent une limite d'écoulement plus élevée que celle de l'art antérieur, caractéristique de suspensions présentant une bonne stabilité.

5

EXEMPLE 14 :

Cet exemple concerne l'utilisation des suspensions aqueuses de charges minérales selon l'invention dans la fabrication de sauce de couchage du papier.

10

Dans ce but, on prépare les sauces de couchage en mélangeant dans l'eau, les suspensions aqueuses de charges minérales à tester avec les autres constituants de la sauce de couchage dont la composition en poids est

15

100 parts de suspension aqueuse à tester à 65 % en matière sèche

12 parts d'un latex styrène-butadiène carboxylé commercialisé sous le nom DI.905 par la société Dow Chemical

0,5 parts de carboxyméthylcellulose commercialisé sous le nom de Finnfix 5 par la société Metsa Serla

20

la teneur en matière sèche est de l'ordre de 64,5 % et le pH égal à 8,4.

25

Les sauces de couchage ainsi préparées sont alors soumises aux mesures de viscosité Brookfield à température ambiante et à 20 tours/minute, 50 tours par minute et 100 tours par minute au moyen d'un viscosimètre Brookfield type DVII équipé du mobile adéquat.

Essai n° 119 :

30

Cet essai, illustrant l'art antérieur, met en oeuvre une suspension aqueuse de talc selon l'essai n° 34.

Essai n° 120 :

35

Cet essai, illustrant l'invention, met en oeuvre une suspension aqueuse de talc selon l'essai n° 37.

Tous les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau 12 suivant.

- TABLEAU 12 -

	Essai n°	Viscosité Brookfield en mPa.s		
		20 t/min	50 t/min	100 t/min
Art antérieur	119	4860	2892	2160
Invention	120	1420	920	877

La lecture du tableau 12 permet de voir que la sauce de couchage selon l'invention est plus fluide que celle selon l'art antérieur.

5

10

15

20

25

30

35

- REVENDICATIONS -

5 1/ Suspension aqueuse de matières minérales contenant un copolymère comme agent dispersant ou d'aide au broyage de matières minérales en suspension aqueuse caractérisée en ce que le dit copolymère est constitué :

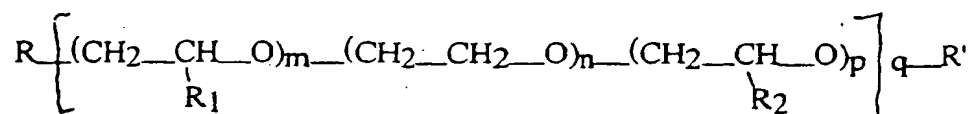
10 a) d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction carboxylique choisi parmi les monoacides, tels que l'acide acrylique, méthacrylique, crotonique, isocrotonique, cinnamique, les diacides, tels que l'acide itaconique, fumarique, maléique, citraconique, les anhydrides d'acides carboxyliques, tels que l'anhydride maléique et les hémiesters de diacides, tels que les monoesters en C₁ à C₄, des acides maléique ou itaconique, ou leurs mélanges,

15 b) éventuellement d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction sulfonique choisi parmi l'acide acrylamido-méthyl-propane-sulfonique, le méthallylsulfonate de sodium, les acides vinyl sulfonique et les acides styrène sulfonique ou à fonction phosphorique choisi parmi le phosphate de méthacrylate d'éthylène glycol, le phosphate de méthacrylate de propylène glycol, le phosphate
20 d'acrylate d'éthylène glycol, le phosphate d'acrylate de propylène glycol et leurs éthoxylats ou leurs mélanges,

25 c) éventuellement d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et sans fonction carboxylique, choisi dans le groupe constitué par les esters des acides acrylique ou méthacrylique, tels que les acrylates ou méthacrylates de méthyle, éthyle, butyle, 2-éthyl-hexyle, ou par l'acrylonitrile, le méthacrylonitrile, l'acétate de vinyle, le styrène, le méthylstyrène, le diisobutylène, la vinylpyrrolidone, la vinylcaprolactame ou encore les amides insaturés tels que l'acrylamide, le méthacrylamide ou leurs dérivés substitués comme le diméthylaminopropyle
30 acrylamide ou méthacrylamide, les esters acryliques ou méthacryliques de glycol, le méthacrylamido-propyl -triméthyl ammonium chlorure ou sulfate, le méthacrylate de triméthyl ammonium éthyl chlorure ou sulfate, ainsi que leurs homologues en acrylate et en acrylamide quaternisés et/ou le diméthyldiallylammonium chlorure,

35

d) d'au moins un monomère oxyalkylé à insaturation éthylénique et terminé par une chaîne hydrophobe, de formule générale (I) :



dans laquelle :

- 5 - m et p représentent un nombre de motifs d'oxyde d'alkylène inférieur ou égal à 100,
 - n représente un nombre de motifs d'oxyde d'éthylène inférieur ou égal à 100,
 - q un nombre au moins égal à 1 et tels que :

10 $0 \leq q(n+m+p) \leq 100,$

 R₁ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

 R₂ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

15

R représente le radical insaturé polymérisable, appartenant au groupe des esters acrylique, méthacrylique, maléique, itaconique, crotonique, vinylphtalique ainsi que les insaturés uréthannes tels que par exemple les acryluréthane, méthacryluréthane, α-α' diméthyl-m-isopropenyl-benzyluréthane, allyluréthane,

20

R' représente le radical hydrophobe tels que les groupes linéaires ou ramifiés alkyle, alkylaryle, arylalkyle, aryle ayant au moins 22 atomes de carbone ou les dialkylamines ayant au moins 22 atomes de carbone

25

le total des constituants (a), (b), (c) et (d) étant égal à 100

et en ce qu'il a une viscosité spécifique au plus égale à 25.

30

2/ Suspension aqueuse de matières minérales selon la revendication 1 caractérisée en ce que le copolymère est constitué :

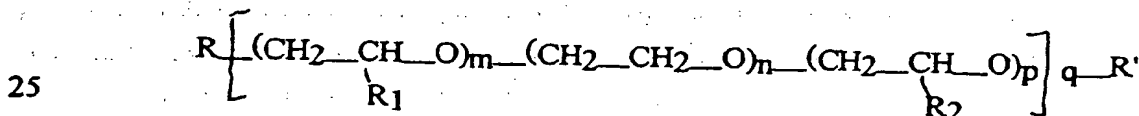
35

a) de 99 % à 10 % en poids d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction carboxylique choisi parmi les monoacides, tels que l'acide acrylique, méthacrylique, crotonique, isocrotonique, cinnamique, les diacides, tels que l'acide itaconique, fumarique, maléique, citraconique, les anhydrides d'acides carboxyliques, tels que l'anhydride maléique et les hémiesters de diacides, tels que les monoesters en C₁ à C₄, des acides maléique ou itaconique, ou leurs mélanges,

b) de 0 % à 50 % en poids d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction sulfonique choisi parmi l'acide acrylamido-méthyl-propane-sulfonique, le méthallylsulfonate de sodium, les acides vinyl sulfonique et les acides styrène sulfonique ou à fonction phosphorique choisi parmi le phosphate de méthacrylate d'éthylène glycol, le phosphate de méthacrylate de propylène glycol, le phosphate d'acrylate d'éthylène glycol, le phosphate d'acrylate de propylène glycol et leurs éthoxylats ou leurs mélanges.

c) de 0 % à 50 % en poids d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et sans fonction carboxylique, choisi dans le groupe constitué par les esters des acides acrylique ou méthacrylique, tels que les acrylates ou méthacrylates de méthyle, éthyle, butyle, 2-éthyl-hexyle, ou par l'acrylonitrile, le méthacrylonitrile, l'acétate de vinyle, le styrène, le méthylstyrène, le diisobutylène, la vinylpyrrolidone, la vinylcaprolactame ou encore les amides insaturés tels que l'acrylamide, le méthacrylamide ou leurs dérivés substitués comme le diméthylaminopropyle acrylamide ou méthacrylamide, les esters acryliques ou méthacryliques de glycol, le méthacrylamido-propyl -triméthyl ammonium chlorure ou sulfate, le méthacrylate de triméthyl ammonium éthyl chlorure ou sulfate, ainsi que leurs homologues en acrylate et en acrylamide quaternisés et/ou le diméthyldiallylammonium chlorure,

d) de 1 % à 90 % en poids d'au moins un monomère oxyalkylé à insaturation éthylénique et terminé par une chaîne hydrophobe, de formule générale (I) :



dans laquelle :

- m et p représentent un nombre de motifs d'oxyde d'alkylène inférieur ou égal à 100,
- n représente un nombre de motifs d'oxyde d'éthylène inférieur ou égal à 100,
- q un nombre au moins égal à 1 et tels que :

$$0 \leq q(n+m+p) \leq 100,$$

R₁ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

R₂ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

R représente le radical insaturé polymérisable, appartenant au groupe des esters acrylique, méthacrylique, maléique, itaconique, crotonique,

vinylphthalique ainsi que les insaturés uréthannes tels que par exemple les acryluréthane, méthacryluréthane, α - α' diméthyl-m-isopropenyl-benzyluréthane, allyluréthane.

5 R' représente le radical hydrophobe tels que les groupes linéaires ou ramifiés alkyle, alkylaryle, arylalkyle, aryle ayant au moins 22 atomes de carbone ou les dialkylamines ayant au moins 22 atomes de carbone

le total des constituants (a), (b), (c) et (d) étant égal à 100

10

et en ce qu'il a une viscosité spécifique au plus égale à 25.

3/ Suspension aqueuse de matières minérales selon la revendication 2 caractérisée en ce que le copolymère est constitué :

15

a) de 97 % à 50 % en poids d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction carboxylique choisi parmi les monoacides, tels que l'acide acrylique, méthacrylique, crotonique, isocrotonique, cinnamique, les diacides, tels que l'acide itaconique, fumarique, maléique, citraconique, les anhydrides d'acides carboxyliques, tels que l'anhydride maléique et les hémiesters de diacides, tels que les monoesters en C1 à C4, des acides maléique ou itaconique, ou leurs mélanges,

20

b) de 0 % à 50 % en poids d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et à fonction sulfonique choisi parmi l'acide acrylamido-méthyl-propane-sulfonique, le méthallylsulfonate de sodium, les acides vinyl sulfonique et les acides styrène sulfonique ou à fonction phosphorique choisi parmi le phosphate de méthacrylate d'éthylène glycol, le phosphate de méthacrylate de propylène glycol, le phosphate d'acrylate d'éthylène glycol, le phosphate d'acrylate de propylène glycol et leurs éthoxylats ou leurs mélanges,

25

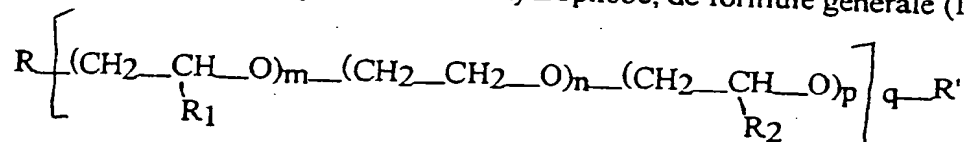
30

c) de 0 % à 50 % en poids d'au moins un monomère à insaturation éthylénique et sans fonction carboxylique, choisi dans le groupe constitué par les esters des acides acrylique ou méthacrylique, tels que les acrylates ou méthacrylates de méthyle, éthyle, butyle, 2-éthyl-hexyle, ou par l'acrylonitrile, le méthacrylonitrile, l'acétate de vinyle, le styrène, le méthylstyrène, le diisobutylène, la vinylpyrrolidone, la vinylcaprolactame ou encore les amides insaturés tels que l'acrylamide, le méthacrylamide ou leurs dérivés substitués comme le diméthylaminopropyle acrylamide ou méthacrylamide, les esters acryliques ou méthacryliques de glycol, le méthacrylamido-propyl -triméthyl ammonium chlorure ou sulfate, le

35

méthacrylate de triméthyl ammonium éthyl chlorure ou sulfate, ainsi que leurs homologues en acrylate et en acrylamide quaternisés et/ou le diméthyldiallylammonium chlorure,

- 5 d) de 3 % à 50 % en poids d'au moins un monomère oxyalkylé à insaturation éthylénique et terminé par une chaîne hydrophobe, de formule générale (I) :



10

dans laquelle :

- m et p représentent un nombre de motifs d'oxyde d'alkylène inférieur ou égal à 100,
- n représente un nombre de motifs d'oxyde d'éthylène inférieur ou égal à 100,
- q un nombre au moins égal à 1 et tels que :

15

$$0 \leq q(n+m+p) \leq 100,$$

R₁ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

20

R₂ l'hydrogène ou le radical méthyle ou éthyle,

R représente le radical insaturé polymérisable, appartenant au groupe des esters acrylique, méthacrylique, maléique, itaconique, crotonique, vinylphthalique ainsi que les insaturés uréthannes tels que par exemple les acryluréthane, méthacryluréthane, α-α' diméthyl-m-isopropenylbenzyluréthane, allyluréthane.

25

R' représente le radical hydrophobe tels que les groupes linéaires ou ramifiés alkyle, alkylaryle, arylalkyle, aryle ayant au moins 22 atomes de carbone ou les dialkylamines ayant au moins 22 atomes de carbone

30

le total des constituants (a), (b), (c) et (d) étant égal à 100

et en ce qu'il a une viscosité spécifique au plus égale à 25.

35

4/ Suspension aqueuse de matières minérales selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisée en ce que le copolymère est sous forme acide ou partiellement ou totalement neutralisé par un ou plusieurs agents de neutralisation disposant d'une fonction monovalente choisis dans le groupe constitué par les

- 5 cations alcalins, en particulier le sodium, le potassium ou l'ammonium ou encore les amines primaires, secondaires ou tertiaires aliphatiques et/ou cycliques telles que la stéarylamine, les éthanolamines (mono-, di-, triéthanolamine), la mono et diéthylamine, la cyclohexylamine, la méthylcyclohexylamine et/ou par un ou plusieurs agents de neutralisation disposant d'une fonction polyvalente choisis dans le groupe constitué par les cations divalents alcalino-terreux, en particulier le magnésium et le calcium, ou encore le zinc, de même que par les cations trivalents, dont en particulier l'aluminium, ou encore, par certains cations de valence plus élevée.
- 10 5/ Suspension aqueuse de matières minérales selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisée en ce qu'elle contient 0,05 % à 5 % en poids de la fraction séchée du copolymère par rapport à la masse sèche de la ou des substances minérales.
- 15 6/ Suspension aqueuse de matières minérales selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisée en ce que la ou les matières minérales sont choisies parmi les substances minérales à surface hydrophile chargée et préférentiellement choisies parmi les carbonates de calcium naturels ou synthétiques ou la dolomie ou les kaolins ou leurs mélanges et très préférentiellement parmi la craie, la calcite, ou le marbre.
- 20 7/ Suspension aqueuse de matières minérales selon la revendication 6 caractérisée en ce que la matière minérale est un carbonate de calcium et en ce qu'elle possède simultanément une limite d'écoulement élevée et une viscosité Brookfield faible pour une concentration en matière sèche d'au moins 45 % et préférentiellement d'au moins 60 %.
- 25 8/ Suspension aqueuse de matières minérales selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisée en ce que la ou les matières minérales sont choisies parmi les substances minérales à surface hydrophobe et préférentiellement choisie parmi le talc ou le mica ou leurs mélanges.
- 30 9/ Suspension aqueuse de matières minérales selon la revendication 8 caractérisée en ce que la matière minérale est un talc ou un mica et en ce qu'elle possède simultanément une limite d'écoulement élevée et une viscosité Brookfield faible pour une concentration en matière sèche d'au moins 45 % et préférentiellement d'au moins 60 %.
- 35

5 10/ Suspension aqueuse de matières minérales selon les revendications 1 à 5 caractérisée en ce que les matières minérales sont un mélange de matières minérales à surface hydrophile et/ou un mélange de matières minérales à surface hydrophobe et préférentiellement un mélange de talc et de carbonate de calcium ou de talc et de kaolin.

11/ Utilisation de la suspension aqueuse de matières minérales selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 dans le domaine papetier.

10 12/ Utilisation de la suspension aqueuse de matières minérales selon la revendication 11 pour la fabrication du papier.

15 13/ Utilisation de la suspension aqueuse de matières minérales selon la revendication 11 pour la préparation de sauces de couchage.

20 14/ Sauce de couchage, contenant outre les additifs usuels, une ou plusieurs suspensions aqueuses de matières minérales selon l'une quelconque des revendications 1 à 10.

25

30

35

REPUBLIQUE FRANÇAISE

2766107

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 547195
FR 9709388

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
D,X	EP 0 215 565 A (ALLIED COLLOIDS) * revendications 1-10 * ---	1-3,8,9
X	US 3 567 503 A (WILLIAM FRANKLIN FALLWELL) * revendications 1-5 * -----	1-3,6, 11-14
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
		021H
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
1 avril 1998		Fouquier, J-P
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 03.92 (P04C13)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.